



SKRIPSI – TK141581

**Produksi *Microcrystalline Cellulose* (MCC) dari
Limbah Serbuk Gergaji Kayu Sengon Melalui
Proses Sonikasi dan Hidrotermal**

Oleh :

Elysa Nura' Ini

NRP. 2313 100 029

Sena Setiawan Hastanu Putra

NRP. 2313 100 078

Dosen Pembimbing :

Dr. Ir. Sumarno, M.Eng

NIP. 1964 06 08 1991 02 1001

Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T

NIP. 1983 11 14 2015 04 2002

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



FINAL PROJECT – TK141581

**Production of Microcrystalline Cellulose (MCC)
from Sawdust of Albazi Chinesis Waste by
Using Sonication and Hydrothermal Process**

Written by :

Elysa Nura' Ini

NRP. 2313 100 029

Sena Setiawan Hastanu Putra

NRP. 2313 100 078

Advisor :

Dr. Ir. Sumarno, M.Eng

NIP. 1964 06 08 1991 02 1001

Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T

NIP. 1983 11 14 2015 04 2002

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF
TECHNOLOGY
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

“Produksi Microcrystalline Cellulose (MCC) dari Limbah Serbuk Gergaji Kayu Sengon melalui Proses Sonikasi dan Hidrotermal”

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik pada Program Studi S-1
Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh
Nopember Surabaya

Oleh:

ELYSA NURA' INI

2313100029

SENA SETIAWAN HASTANU PUTRA

2313100078

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Dr. Ir. Sumarno, M.Eng
(Pembimbing I)
2. Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T
(Pembimbing II)
3. Dr. Eva Oktavia Ningrum, S.T., M.S
(Penguji I)
4. Firman Kurniawansyah, S.T., M.Eng.Sc., Ph.D
(Penguji II)
5. Hikmatun Ni'mah, S.T., M.S., Ph.D
(Penguji III)


.....

.....

.....



Surabaya, Juli 2017

PRODUKSI *MICROCRYSTALLINE CELLULOSE* (MCC) DARI LIMBAH SERBUK GERGAJI KAYU SENGON MELALUI PROSES SONIKASI DAN HIDROTERMAL

Nama/NRP : 1. Elysa Nura' Ini 2313 100 029
2. Sena Setiawan Hastanu Putra 2313 100 078
Departemen : Teknik Kimia FTI-ITS
Dosen Pembimbing : 1. Dr. Ir. Sumarno, M.Eng
2. Prida Novarita Trisanti, S.T.,M.T

ABSTRAK

Serbuk gergaji kayu sengon merupakan limbah padat yang dihasilkan oleh industri mebel. Kayu sengon mengandung 41,17% selulosa, 22,26% hemiselulosa dan 17,51% lignin. Dengan kandungan selulosa yang tinggi tersebut, maka serbuk gergaji kayu sengon dapat diolah lebih lanjut menjadi *microrcrystalline cellulose* (MCC). Salah satu kegunaan MCC adalah sebagai *filler* pada industri farmasi, sumber lemak pada industri makanan, material komposit dalam industri plastik dan digunakan dalam industri kosmetik. Umumnya pembuatan MCC dilakukan dengan dua tahapan yaitu proses delignifikasi dengan larutan alkali dilanjutkan proses hidrolisis dengan asam. Namun metode tersebut memiliki kelemahan yaitu tidak ramah lingkungan. Pada penelitian ini proses delignifikasi dilakukan menggunakan metode sonikasi dan proses hidrolisis dilakukan menggunakan metode hidrotermal. Dengan metode sonikasi, konsentrasi larutan alkali dapat diturunkan. Proses delignifikasi/sonikasi dilakukan dengan kondisi operasi: konsentrasi NaOH sebesar 0,3 M (1:30 w/v), suhu 60°C, 70°C dan waktu sonikasi selama 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 menit. Padatan hasil delignifikasi dianalisa menggunakan Chesson,

XRD, dan SEM. Pada metode hidrolisis/hidrotermal, peran larutan asam dalam proses hidrolisis dapat diganti menggunakan air pada kondisi sub-kritis yang dapat menghidrolisis bagian amorp pada selulosa. Hidrolisis/hidrotermal dilakukan dengan kondisi operasi: tekanan 80 bar, suhu 120°C, 160°C dan waktu 45 – 105 menit dengan interval waktu 15 menit. Padatan hasil hidrotermal dianalisa menggunakan XRD dan SEM. Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa pada proses delignifikasi/sonikasi menyebabkan adanya penurunan kadar lignin pada gergaji kayu sengon, dengan kadar lignin paling rendah (0,41%) dimiliki oleh produk delignifikasi/sonikasi pada suhu 40°C selama 90 menit. Hasil analisa XRD menunjukkan kristalinitas paling tinggi hasil delignifikasi/sonikasi (77.05%) dicapai pada suhu operasi 40°C selama 30 menit. Kristalinitas paling tinggi pada proses hidrolisis/hidrotermal (79.1%) dicapai pada suhu operasi 160°C selama 75 menit.

Kata kunci : Delignifikasi ultrasonic, hidrotermal, kayu Sengon, micorcrystalline cellulose

PRODUCTION OF MICROCRYSTALLINE CELLULOSE (MCC) FROM SAWDUST OF *ALBIZIA CHINENSIS* WASTE BY USING SONICATION AND HYDROTHERMAL PROCESS

Name/NRP : 1. Elysa Nura' Ini 2313 100 029
2. Sena Setiawn Hastanu Putra 2313 100 078
Departement : Chemical Engineering FTI-ITS
Advisor : 1. Dr. Ir. Sumarno, M.Eng
2. Prida Novarita Trisanti, S.T.,M.T

ABSTRACT

Albazia chinensis sawdust is solid waste of furniture industry, having a high amount of lignocellulose (49,40% cellulose, 24,10% hemicellulose and 26,50% lignin). Because of high cellulose content, *Albazia chinensis* sawdust can be processed into *micorcrystalline cellulose* or MCC. MCC can be used as a filler in pharmaceutical industry, as a source of fat in food industry, as a composite in plastic industry, and cosmetic industry. Usually, the production of MCC done in two stages of process, first is delignification with alkali treatment to the hydrolysis process using strong acid. But this method isn't eco friendly. In this research, delignification process is done using sonication and hydrolysis with sub-critic water. By using sonication, the concentration of alkali solution can be lowered. The sonication process is done under the following condition: concentration of NaOH 0,3 M (1:30 w/v), temperature 60°C, 70°C and duration 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 minute. Solid product from sonication process is analyzed by Chesson, XRD, and SEM. In hydrothermal process, the acidic solution can be replaced by using sub-critic water that can hydrolyze the amorphous region within the cellulose. Hydrothermal process is done under the following condition: pressure at 80 bar, temperature at 120°C,

160°C and duration 45-105 minutes with an interval of 15 minutes. Solid product from hydrothermal process is analyzed by XRD and SEM. Result from this study indicate that the delignification/sonication process cause a decrease in the sawdust of *Albazia chinensis*, with the lowest percentage of lignin (0,41%) that can be reached by delignification/sonication at temperature 40°C for 90 minutes. XRD analysis results showed the highest crystallinity of delignification/sonication product was 77.05% (temperature 40°C, duration 30 minutes). The highest crystallinity of hydrolysis/hydrothermal product was 79.1% (temperature 160°C, duration 75 minutes).

Key word(s) : Albazia chinensis, hydrothermal, micorcrystalline cellulose, ultrasonic delignification

KATA PENGANTAR

Puji syukur kami sampaikan ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa karena hanya dengan rahmat dan berkah-Nya sehingga kami dapat menulis dan telah menyelesaikan skripsi dengan judul **“Produksi *Microcrystalline Cellulose* (MCC) dari Limbah Serbuk Gergaji Kayu Sengon Melalui Proses Sonikasi dan Hidrotermal”**.

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan laporan skripsi ini dapat selesai atas bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Bapak Juwari, ST, M.Eng. PhD, selaku Kepala Departemen S1 Teknik Kimia FTI-ITS.
2. Bapak Dr. Ir. Sumarno, M.Eng selaku Kepala Laboratorium Teknologi Material, selaku Dosen Pembimbing I, dan Ibu Prida Novarita Trisanti, S.T.,M.T selaku Dosen Pembimbing II atas bimbingan dan arahan yang sudah diberikan.
3. Bapak Fadlilatul Taufany, S.T., Ph.D, selaku Sekretaris Progam Studi S1 Departemen Teknik Kimia FTI-ITS.
4. Ibu Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T, selaku koordianator Tugas Akhir dan Skripsi Jurusan Teknik kimia FTI-ITS.
5. Bapak dan Ibu Dosen pengajar dan seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia FTI-ITS.
6. Orang tua dan seluruh keluarga yang telah memberikan dukungan, doa, dan kasih sayang kepada kami.
7. Teman-teman di Laboratorium Teknologi Material, teman – teman yang telah memberikan saran dan motivasi serta seluruh pihak yang tidak dapat penyusun sebutkan satu per satu, yang turut membantu penyusunan.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan tugas akhir ini masih banyak terdapat kekurangan, sehingga saran

dan kritik yang membangun dari semua pihak sangat diharapkan untuk kesempurnaan laporan ini.

Surabaya, 10 Juli 2017

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
LEMBAR PENGESAHAN	
ABSTRAK	i
ABSTRACT	iii
KATA PENGANTAR	v
DAFTAR ISI	vi
DAFTAR GAMBAR	viii
DAFTAR TABEL	xii
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1.Latar Belakang	1
I.2.Rumusan Masalah	3
I.3.Tujuan Penelitian	5
I.4.Manfaat Penelitian.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	7
II.I Serbuk Gergajian Kayu Sengon (<i>Albizia chinensis</i>).....	7
II.2 Kandungan Utama dalam Serbuk Gergaji Kayu Sengon	7
II.2.1 Serat Kasar	8
II.2.1.1 Selulosa	8
II.2.1.2 Hemiselulosa	10
II.2.1.3 Lignin	11
II.3 Sonikasi	13
II.4Pretreatment Untuk Bahan Berlignoselulosa.....	15
II.4.1 Delignifikasi dan <i>Alkali Treatment</i> ..	15
II.5 Hidrotermal	20
II.6. <i>Hot Compresed Water</i>	22
II.7 <i>Bleaching</i>	22
II.8 Karakterisasi Derajat Kristalinitas	23
II.9 Karakterisasi Morfologi	23

BAB III METODOLOGI PENELITIAN	25
III.1. Variabel Penelitian	26
III.2. Bahan yang Digunakan.....	26
III.3. Proses <i>Pretreatment</i>	26
III.3.1 Tahap persiapan bahan baku	26
III.3.2 Tahap <i>pretreatment</i> (delignifikasi ultrasonik) serbuk kayu sengon	27
III.3.3 Peralatan Penelitian	30
III.3.4 Proses Hidrotermal	31
III.3.4.1 Peralatan Hidrotermal	33
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	35
IV.1 Proses Delignifikasi (Alkali) Dengan Sonikasi	35
IV.2 Proses Hidrotermal dengan Pretreatment Sonikasi	45
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	53
V.1. Kesimpulan.....	53
V.2. Saran	53
DAFTAR PUSTAKA	xiv
DAFTAR NOTASI	xvi
APPENDIKS	xv

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1 Struktur Selulosa dengan Ikatan Intra dan Intermolekuler	9
Gambar II.2 Satuan Penyusun Lignin	12
Gambar II.3 Model lignin	12
Gambar II.4 Fenomena Pembentukan Kavitas yang Dihubungkan dengan Fluktuasi Tekanan Seiring dengan Perubahan Radius Gelembung (μm) Vs Waktu (μs)	14
Gambar II.5 Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa menggunakan NaOH	17
Gambar II.6 Diagram Fase Air	21
Gambar III.1 Peralatan sonikasi	30
Gambar III.2 Peralatan Hidrotermal	33
Gambar IV.1.1 Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa menggunakan NaOH	36
Gambar IV.1.2 (a) Padatan Serbuk Kayu Sengon Sebelum dilakukan Proses Delignifikasi, dan (b) Padatan Serbuk Kayu Sengon Setelah dilakukan Sonikasi 30°C selama 30 menit	37
Gambar IV.1.3 (a) Padatan Serbuk Kayu Sengon dan Larutan Black Liquor Setelah dilakukan Sonikasi dan (b) Padatan Serbuk Kayu Hasil Sonikasi Setelah dilakukan Proses Bleaching	31
Gambar IV.1.4 Pengaruh Treatment Sonikasi Terhadap Struktur Kayu Sengon	39
Gambar IV.1.5 Morfologi dari (a) Native, Produk delignifikasi/sonikasi pada: (b) suhu 30°C selama 30 menit, (c) suhu 40°C selama 30 menit, (d) suhu 30°C selama 90 menit, (e) suhu 40°C selama 90 menit	41

Gambar IV.1.6	Grafik XRD dari (a) Native, (b) Serbuk Kayu Setelah Sonikasi pada 30 menit, dan (c) 90 menit pada Suhu 30°C	42
Gambar IV.1.7	Grafik XRD dari (a) Raw Material, (b) Serbuk Kayu Setelah Sonikasi pada 30 menit, dan (c) 90 menit pada Suhu 40°C	43
Gambar IV.1.8	Grafik Hubungan antara Lamanya Waktu Sonikasi dan Derajat Kristalinitas.....	44
Gambar IV.2.1	Hasil analisa SEM (<i>Scanning Electro Microscopy</i>) (a) sampel hasil delignifikasi/sonikasi suhu 40 °C selama 30 menit, sampel hasil hidrolisis/hidrotermal pada: (b) suhu 120 °C selama 45 menit, (c) suhu 120°C selama 105 menit, (d) suhu 160°C selama 45 menit, dan (e) suhu 160°C selama 105 menit dengan Perbesaran 1000x	46
Gambar IV.4.2	Grafik XRD dari (a) sampel hasil delignifikasi/sonikasi 40°C selama 30 menit, (b) sampel hasil hidrolisis/hidrotermal pada 45 menit,(c) 105 menit pada Suhu 120°C	48
Gambar IV.4.3	Grafik XRD dari (a) sampel hasil delignifikasi/sonikasi 40°C selama 30 menit, (b) sampel hasil hidrolisis/hidrotermal pada 45 menit, (c)105 menit pada Suhu 160°C	49
Gambar IV.4.4	Grafik Hubungan antara Lamanya Waktu Hidrotermal dan Derajat Kristalinitas	50
Gambar 3.1.	Morfologi dari (a) <i>Native</i> , (b) Sengon <i>Fiber</i> , Produk delignifikasi/sonikasi pada: (c) suhu 30°C selama 30 menit, (d) suhu 40°C selama 30 menit, (e) suhu 40°C selama 90 menit dengan Perbesaran 100 x	xii
Gambar 3.2	Morfologi dari (a) sampel	

hasil delignifikasi/sonikasi suhu 40 °C selama 30 menit,
 sampel hasil hidrolisis/hidrotermal pada: **(b)** suhu 120 °C
 selama 45 menit, **(c)** suhu 120 °C selama 75 menit, **(d)**
 suhu 120 °C selama 105 menit, **(e)** suhu 160°C selama 75
 menit, dan **(f)** suhu 160 °C selama 105 menit dengan
 Perbesaran 100 x xiii

‘Halaman ini sengaja dikosongkan’

DAFTAR TABEL

Tabel II.1 Komposisi Kimia Kayu Sengon	7
Tabel II.2. Macam-macam Metode Delignifikasi	16
Tabel IV.3.1 Hasil Perhitungan Kadar Selulosa, Hemiselulosa dan Lignin	39
Tabel IV.4.1 Panjang dan Diameter Sampel pada Gambar IV.4.1	47
Tabel 1.1 Hasil perhitungan XRD untuk Serbuk Kayu Sengon Setelah Proses Sonikasi Suhu 30°C	x
Tabel 1.2 Hasil perhitungan XRD untuk Serbuk Kayu Sengon Setelah Proses Sonikasi Suhu 40°C	x
Tabel 1.3 Hasil perhitungan XRD untuk Serbuk Kayu Sengon Setelah Proses Sonikasi dan Hidrotermal Suhu 120°C	xi
Tabel 1.4 Hasil perhitungan XRD untuk Serbuk Kayu Sengon Setelah Proses Sonikasi dan Hidrotermal Suhu 160°C	xi
Tabel 2.1 Hasil perhitungan analisa Chesson	xii

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara yang memiliki kekayaan alam yang berlimpah. Salah satu kekayaan alam tersebut adalah pada sektor kehutanan. Dengan luas wilayah hutan sebesar lebih dari 124.023.000 hektar (BPS, 2015), maka hutan berpotensi untuk menghasilkan kayu dengan jumlah yang besar. Salah satu jenis kayu yang banyak dihasilkan adalah kayu sengon. Kayu sengon (*Albizia chinensis*) memiliki ciri umum antara lain kayunya berwarna hampir putih atau coklat muda, mempunyai tekstur agak kasar dan merata, serta arah serat lurus, bergelombang lebar atau berpadu (Pandit dan Kurniawan, 2008). Dengan tingginya kegunaan kayu sengon maka menyebabkan limbah kayu sengon seperti serbuk gergaji menjadi meningkat. Namun limbah tersebut sampai sekarang hanya dibakar atau dibiarkan saja terurai di tanah. Padahal limbah serbuk gergaji tersebut dapat diolah lebih lanjut menjadi suatu bahan dengan nilai jual tinggi.

Kayu sengon mengandung 49,40% selulosa, 24,10% hemiselulosa dan 26,50% lignin. Dengan kandungan selulosa yang tinggi tersebut, maka serbuk gergaji kayu sengon dapat diolah lebih lanjut menjadi *micorcrystalline cellulose* (MCC). Salah satu kegunaan MCC adalah sebagai *filler* pada industri farmasi, sumber lemak pada industri makanan, material komposit dalam industri plastik dan digunakan juga dalam industri kosmetik (Shatkin, 2014).

Secara umum pembuatan MCC dilakukan dengan 2 tahapan yaitu, proses delignifikasi, dan proses *hydrolysis*. Proses delignifikasi bertujuan untuk menghilangkan kandungan lignin dalam material. Proses ini akan merusak struktur dari lignin dan diikuti dengan pemisahan antara lignin dengan karbohidrat lainnya. Lignin perlu dihilangkan karena dapat menghambat penetrasi asam sebelum hidrolisis berlangsung (Djalal, 2016). Terdapat beberapa metode delignifikasi antara lain: *alkali*

treatment, *acid treatment*, *bio-delignification*, dan *organosolv*. *Alkali treatment* merupakan metode yang umum diapakai dalam proses delignifikasi karena hemat dalam instalasi alat, namun metode ini juga memiliki kelemahan yaitu membutuhkan larutan alkali dengan konsentrasi tinggi dan waktu yang lama (Subhedar, dkk, 2013). Metode lain juga memiliki kelemahan, yaitu tidak ramah lingkungan (*acid treatment*), membutuhkan waktu yang lama (*bio-delignification*) dan biaya yang mahal untuk menghilangkan *solven* (*organosolv*) (Sanchez, dkk, 2012).

Delignifikasi menggunakan *alkali treatment* dapat ditingkatkan efisiensinya dengan bantuan gelombang ultrasonik (metode sonikasi), dimana persentase lignin yang hilang akan meningkat dan konsentrasi larutan alkali yang digunakan dapat diperkecil . Pada tahun 2013, Subhedar dkk. membandingkan hasil delignifikasi antara *alkali treatment* dan metode kombinasi dengan sonikasi. Pada *alkali treatment* yang dilakukan dengan suhu 353 K dan konsentrasi larutan alkali 1,75 N (*solid loading* 0.8%,w/v) selama 6 jam didapatkan delignifikasi sebesar 40,2%. Sedangkan pada proses kombinasi dengan sonikasi, konsentrasi larutan alkali dapat diturunkan menjadi 1 N, waktu delignifikasi dapat dipersingkat menjadi 70 menit dan didapatkan delignifikasi sebesar 80% (Subhedar, 2013).

Untuk mengubah selulosa menjadi MCC perlu adanya proses hidrolisis yang bertujuan untuk menghilangkan bagian amorp pada selulosa. Pada proses hidrolisis, ikatan glikosidik bagian amorf pada selulosa akan mengalami pembelahan secara hidrolitik, yang dipromosikan oleh ion hidronium dan disertai dengan lepasnya *individual crystallites* (Li, dkk., 2009). Ada beberapa cara yang dapat dilakukan untuk proses hidrolisa, antara lain: *acid hydrolysis* (Habibi, dkk., 2010), *enzyme-assited hydrolysis* (Siqueira, dkk., 2011), menggunakan larutan ionik untuk mempromosikan reaksi hidrolisis (Mao, dkk., 2015). Metode yang sering digunakan untuk proses hidrolisa adalah metode *acid hydrolysis*. Namun metode ini memiliki beberapa kekurangan antara lain: membutuhkan larutan asam dengan

konsentrasi tinggi, tidak ramah lingkungan dan boros dalam pemakaian air pencuci.

Pada studi lebih lanjut, proses hidrolisis dikembangkan menggunakan air pada kondisi sub kritis yang disebut dengan metode hidrotermal. Pada kondisi sub kritis, air menunjukkan peningkatan koefisien difusi dan penurunan konstanta dielektrik (*polar organic solvent*). Kedua sifat tersebut mempunyai pengaruh positif pada perusakan bagian amorf dari selulosa (Adschiri, dkk, 2011). Ketika air memiliki konstanta dielektrik yang rendah, maka air dapat berfungsi sebagai asam yang akan menghasilkan H_3O^+ . Untuk mencapai air dalam kondisi sub kritis, tekanan dan suhu operasi dapat dikontrol (≤ 27 MPa dan $\leq 400^\circ C$) sehingga bagian amorf dari selulosa dapat terhidrolisis dan reaksi pembentukan gula dari selulosa dapat dihindari. Novo, 2015 melakukan penelitian pembentukan *nanocrystalline cellulose* menggunakan metode hidrotermal dimana menggunakan tekanan operasi 8,1 MPa hingga 20,3 MPa dan suhu operasi $120^\circ C$ hingga $200^\circ C$, dimana pada suhu $200^\circ C$ dan tekanan 20,3 MPa menunjukkan nilai kristalinitas paling tinggi sebesar 81,32%.

Dari uraian diatas, dapat diketahui bahwa produksi *microcrystalline cellulose* (MCC) dapat dilakukan melalui proses delignifikasi menggunakan metode sonikasi dilanjutkan dengan proses hidrolisis menggunakan metode hidrotermal. Pada metode delignifikasi/sonikasi, konsentrasi larutan alkali dapat diturunkan dan pada proses hidrolisis/hidrotermal, dapat mengganti larutan asam dengan air pada kondisi sub-kritis, sehingga kedua metode tersebut lebih ramah lingkungan. Dengan kondisi tersebut, maka produksi *microcrystalline cellulose* (MCC) menggunakan metode sonikasi dilanjutkan dengan metode hidrotermal perlu dipelajari lebih lanjut.

1.2. Perumusan Masalah

Dalam menghasilkan MCC dari serbuk gergaji kayu sengon perlu dilakukan perlakuan awal karena serbuk gergaji kayu

sengon mengandung selulosa, hemiselulosa dan lignin. Salah satu metode yang digunakan untuk menghilangkan lignin adalah delignifikasi. Pada umumnya delignifikasi dilakukan dengan proses alkali. Namun proses ini memiliki kekurangan yaitu tidak ramah lingkungan dan membutuhkan waktu yang lama. Kekurangan tersebut dapat ditutupi menggunakan bantuan gelombang ultrasonik (sonikasi) (Subhedar, dkk., 2013). Dengan bantuan gelombang ultrasonik persentase lignin yang hilang akan semakin meningkat. Pada proses sonikasi secara global, perubahan struktur lignoselulosa disebabkan oleh efek runtuhnya kavitasi yang terjadi selama gelombang ultrasonik dialirkan. Aliran ultrasonik menyebarkan secara seri *compression* dan *rarefaction* gelombang di dalam molekul dari medium yang dilewatinya. Saat siklus *rarefaction* kavitasi terbentuk, akibat energi yang besar melebihi gaya tarik molekul pada cairan. Akustik oleh gelembung ini tidak stabil disebabkan karena adanya gangguan terbentuknya gelembung lain dan adanya resonansi saat siklus *compression*. Akibatnya beberapa gelembung mengalami ekspansi mendadak hingga ukurannya tidak stabil dan terjadi *collapse*. Dimana pada saat terjadi *collapse* tekanan di dalam gelembung dapat mencapai 50 MPa dan suhu lokal ledakan gelembung dapat mencapai 5000°C (Koubaa, 2016). Namun siklus kompresi sangat cepat terjadi sehingga tidak ada panas yang lolos akibat *collapse* gelembung serta cairan sekitar akan mendinginkan efek kavitasi ini secara mendadak. Maka efek ini bersifat *short-lived* dan *localized hot spot*. Fenomena ini juga menghasilkan *shock wave* yang menimbulkan perubahan tekanan lokal dan pergeseran liquid mengakibatkan erosi pada permukaan selulosa, berefek pada pengurangan ukuran. Dengan adanya energi yang tinggi, kavitasi dapat menimbulkan reaksi disosiasi dari molekul air menjadi radikal bebas yang membantu pemutusan ikatan lignin dan *xylan* (Yaldagard, 2008).

Proses hidrolisis dalam pembuatan MCC dapat dilakukan dengan metode hidrotermal. Novo, dkk., 2015 mengemukakan

bahwa air pada kondisi sub kritis dapat mempromosikan terjadinya reaksi hidrolisis bagian amorf pada selulosa. Air pada sub kritis tersebut menunjukkan koefisien difusi yang lebih tinggi dari air pada kondisi normal sehingga dapat digunakan sebagai *polar solvent*. Selain itu kondisi sub kritis juga dapat membentuk H_3O^+ sebagai agen hidrolisis dari bagian amorf.

Dengan menggunakan metode sonikasi dan hidrotermal, diharapkan MCC dari kayu sengon dapat terbentuk. Selain itu, apabila kedua metode tersebut dilakukan secara beriringan maka proses degradasi selulosa akan lebih efisien dalam hal kondisi operasi dan spesifikasi MCC yang dihasilkan. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian tentang studi kondisi operasi yang tepat pada proses delignifikasi dengan sonikasi yang memberikan pengaruh signifikan terhadap persentase lignin yang hilang. Juga kondisi operasi pada proses hidrotermal untuk memperoleh kristalinitas MCC yang sudah memenuhi spesifikasi.

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mempelajari pengaruh kondisi operasi seperti suhu dan waktu delignifikasi terhadap kadar selulosa yang dihasilkan.
2. Mempelajari pengaruh kondisi operasi seperti suhu dan waktu hidrolisis pada proses hidrotermal terhadap spesifikasi MCC yang dihasilkan.
- 3.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini antara lain :

1. Penelitian ini diharapkan memberikan kontribusi terhadap pemanfaatan limbah biomassa serbuk gergaji kayu sengon sekaligus memberikan nilai tambah limbah biomassa serbuk gergaji kayu sengon. Sehingga dari limbah biomassa dapat dihasilkan bahan kimia antara (*chemical intermediate*) yang bernilai tinggi dengan aplikasi yang luas.

2. Penelitian ini juga diharapkan dapat memberikan kontribusi terhadap pengembangan metode hidrothermal untuk menhidrolisis bagian amorf selulosa dengan *ultrasonic pretreatment* agar dapat diterapkan dalam proses produksi skala yang lebih besar.

BAB II

KAJIAN PUSTAKA DAN DASAR TEORI

II.1 Serbuk Gergajian Kayu Sengon (*Albizia chinensis*)

Kayu sengon mengandung 49,40% selulosa, 24,10% hemiselulosa dan 26,50% lignin. Dengan kandungan selulosa yang tinggi tersebut, maka serbuk gergaji kayu sengon dapat diolah lebih lanjut menjadi *microcrystalline cellulose* (MCC) dan *nanocrystalline cellulose* (NCC). Kayu sengon memiliki komposisi kimia sebagai berikut:

Tabel II.1 Komposisi Kimia Kayu Sengon

Komposisi Kimia (%)	A	B	C
Selulosa	46,0	49,40	48,83
Lignin	25,7	26,50	17,20
Pentosan	16,4		
Hemiselulosa		24,10	16,34

Sumber : a. Anonim (2000); b. Martawijaya et al. (1989) ; c. Siagian et al., (2003)

Berdasarkan jumlah dan kandungannya, kayu sengon memiliki potensi besar untuk dimanfaatkan menjadi produk yang memiliki nilai guna lebih tinggi, salah satunya diproduksi sebagai *micorcrystalline cellulose* (MCC).

II.2 Kandungan Utama dalam Serbuk Gergaji Kayu Sengon

Serbuk gergaji adalah butiran kayu yang dihasilkan dari proses menggergaji. Kayu sengon termasuk kayu yang memiliki berat jenis $0,33\text{g/cm}^3$, lebih kecil dari $0,60\text{ g/cm}^3$. Kandungan kimia kayu sengon meliputi selulosa dengan kadar 49,40%, Hemiselulosa sebesar 24,10%, dan Lignin sebesar 26,50% (Kooskurniasari, 2014).

Microcrystalline cellulose (MCC) merupakan turunan selulosa yang diperoleh dengan cara memberi perlakuan pada alfa-selulosa yang dikandung oleh tumbuhan berserat dengan menggunakan larutan asam.

II.2.1 Serat Kasar

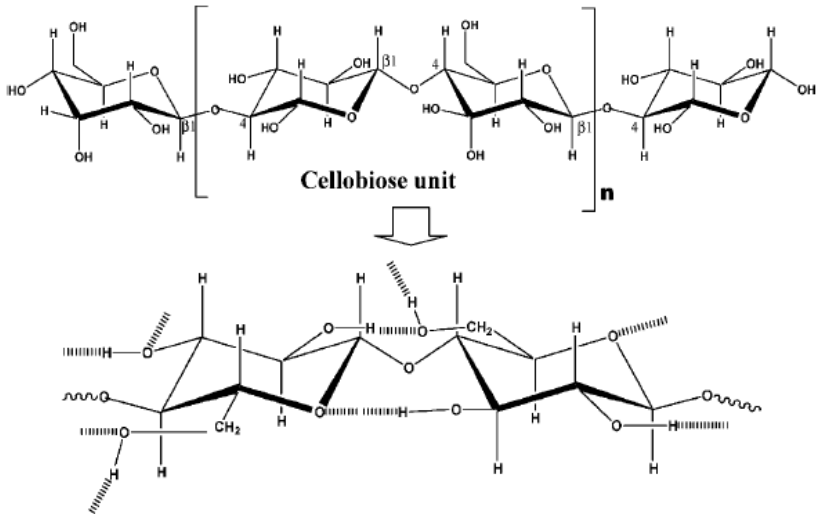
Serat kasar merupakan serat tumbuhan yang tidak dapat larut dalam air. Serat kasar yang terdapat pada serbuk kayu mengandung hemiselulosa dan selulosa yang merupakan bagian terbesar dari komponen polisakarida non pati (Arnata, 2009).

II.2.1.1 Selulosa

Polisakarida yang paling banyak adalah selulosa, linier, hemopolisakarida dengan rumus kimia ($C_6H_{12}O_5$) yang terdiri dari unit *D-glycosidic* yang saling berikatan di β -1-4. Polimer selulosa umumnya tersusun oleh monosakarida yang saling berhubungan pada posisi atom karbon 1 dan 4 oleh ikatan β -glukosida. Selulosa termasuk homopolimer linier dengan monomer berupa D-Glukosa yang saling berkaitan dengan ikatan β -1,4-glikosidik. Selulosa merupakan serat-serat panjang yang bersama-sama hemiselulosa, pektin, dan protein membentuk struktur jaringan yang memperkuat dinding sel tanaman (Winarno, 2008). Jika dilihat dari strukturnya, selulosa mempunyai kelarutan yang besar dalam air karena mempunyai gugus $-OH$ yang banyak untuk membentuk ikatan hidrogen dengan air. Karena sifat kekakuan rantai dan tinggi gaya antar rantai akibat ikatan hydrogen antar gugus yang berdekatan menyebabkan selulosa bukan hanya tak larut dalam air tetapi juga dalam pelarut lain. Rantai panjang molekul selulosa berkisar dari 100 sampai 14000 unit. Oleh karena itu, selulosa memiliki berat molekul rata-rata sekitar 300.000-500.000 (Zhou, dkk. 2011).

Konversi lignoselulosa menjadi glukosa pada dasarnya terdiri dari 2 tahapan utama, yaitu: (1) *pretreatment* untuk memecah/menguraikan lignin dan membuka struktur Kristal selulosa, (2) Hidrolisa untuk memecah selulosa menjadi glukosa.

Penggunaan asam dan basa kuat dapat merenggangkan, memotong ikatan hidrogen, dan melarutkan selulosa. Ikatan hidrogen baik intra maupun intermolekuler pada selulosa dapat dilihat pada gambar berikut:



Gambar II.1 Struktur Selulosa dengan Ikatan Intra dan Intermolekuler (Yu, dkk, 2007)

Molekul-molekul selulosa seluruhnya berbentuk linier dan mempunyai kecenderungan kuat membentuk ikatan-ikatan hidrogen intra dan intermolekul. Berdasarkan panjang rantainya, selulosa terbagi kedalam tiga bagian yaitu :

- **α -Selulosa** yaitu rantai panjang dengan derajat polimerisasi antara 600 – 1500 dan tidak larut dalam larutan NaOH 17,5%.
- **β -Selulosa** yaitu rantai pendek dalam derajat polimerisasi antara 15 - 90 dan larut dalam NaOH 17,5%, tapi dapat mengendap jika dinetralkan.

- **γ -Selulosa** yaitu selulosa rantai pendek dengan derajat polimerisasi <15, larut dalam asam dan NaOH 17,5% (Tarmansyah, 2005).

II.2.1.2 Hemiselulosa

Berbeda dengan selulosa, hemiselulosa tersusun dari berbagai macam monosakarida. Monomer gula penyusun hemiselulosa terdiri dari monomer gula berkarbon 5 (C-5) dan 6 (C-6), seperti: xylosa, arabinosa, mannososa, glukosa, galaktosa, manosa, dan juga sejumlah kecil rhamnosa, asam glukoroat, asam metal glukoronat dan asam galaturonat. Hemiselulosa memiliki struktur amorf sehingga relatif lebih mudah untuk dihidrolisis menjadi monomer gula dibandingkan selulosa (Winarno, 2008).

Hemiselulosa merupakan karbohidrat dengan bobot molekul lebih rendah dari pada selulosa dan tersusun atas satuan-satuan gula pentosan dan heksosan. Hemiselulosa bersifat nonkristalin dan tidak bersifat serat, mudah mengembang karena itu hemiselulosa sangat berpengaruh terhadap terbentuknya jalinan antara serat pada saat pembentukan lembaran, lebih mudah larut dalam pelarut alkali dan lebih mudah dihidrolisis dengan asam menjadi komponen monomernya yang terdiri dari D-glukosa, D-manosa, D-galaktosa, D-silosa dan L-arabinosa (Simanjuntak, 2007).

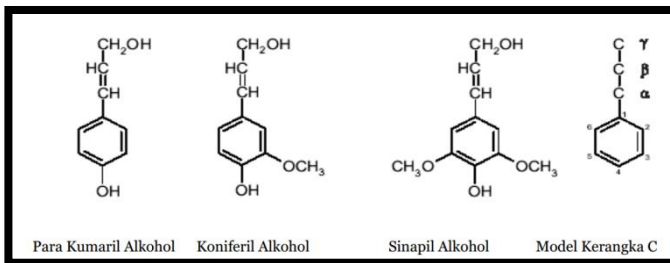
Hemiselulosa berfungsi sebagai bahan pendukung dalam dinding sel dan berlaku sebagai perekat antara sel tunggal yang terdapat didalam batang pisang dan tanaman lainnya. Perbedaan hemiselulosa dengan selulosa yaitu hemiselulosa mudah larut dalam alkali tapi sukar larut dalam asam, sedangkan selulosa sebaliknya. Hemiselulosa bukan merupakan serat-serat panjang seperti selulosa. Hasil hidrolisis selulosa akan menghasilkan D-glukosa, sedangkan hasil hidrolisis hemiselulosa menghasilkan D-xilosis dan monosakarida. Kandungan hemiselulosa yang tinggi memberikan kontribusi pada ikatan antara serat, karena hemiselulosa bertindak sebagai perekat dalam setiap serat tunggal. Hemiselulosa kayu tersusun atas galaktoglukomanan

(15-20%) dan xylan (7-10%). Xylan kayu adalah arabio -4-0-methylglucuronoxylan, dimana tidak terasetilasi, tapi rangka xylan disubstitusi pada karbon 2 dan 3 secara berurutan dengan asam 4-0-methyl- α -D-glucuronic dan residu α -L-arabinofuranosyl.

II.2.1.3 Lignin

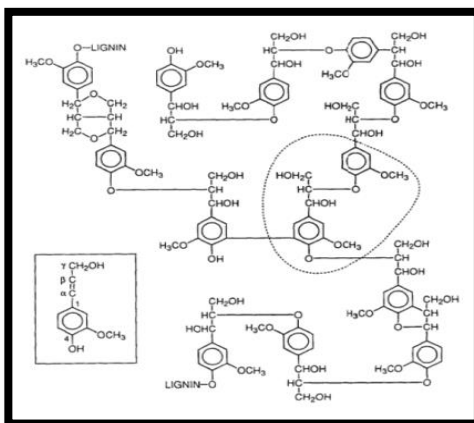
Lignin merupakan polimer dengan struktur aromatik yang terbentuk melalui unit-unit penilpropan (Sjorberg, 2003) yang berhubungan secara bersama oleh beberapa jenis ikatan yang berbeda (Perez, 2002). Lignin sulit didegradasi karena strukturnya yang kompleks dan heterogen yang berikatan dengan selulosa dan hemiselulosa dalam jaringan tanaman. Lebih dari 30 persen tanaman tersusun atas lignin yang memberikan bentuk yang kokoh dan memberikan proteksi terhadap serangga dan patogen (Orth, 1993). Disamping memberikan bentuk yang kokoh terhadap tanaman, lignin juga membentuk ikatan yang kuat dengan polisakarida yang melindungi polisakarida dari degradasi mikroba dan membentuk struktur lignoselulosa.

Lignin terutama terkonsentrasi pada lamela tengah dan lapisan dinding sel yang terbentuk selama proses lignifikasi jaringan tanaman (Chahal dan Chahal 1998; Steffen 2003). Lignin tidak hanya mengeraskan mikrofibril selulosa, juga berikatan secara fisik dan kimia dengan hemiselulosa. Lignin terbentuk melalui polimerasi tiga dimensi derivat (Gambar 2.2) dari sinamil alkohol terutama p-kumaril, coniferil dan sinafil alkohol (Perez *et al.* 2002) dengan bobot molekul mencapai 11.000 (Gambar 2.3). Lignin yang melindungi selulosa bersifat tahan terhadap hidrolisis karena adanya ikatan arilalkil dan ikatan eter.



Gambar II.2 Satuan Penyusun Lignin (Steffen, 2003)

Pembentukan lignin terjadi secara intensif setelah proses penebalan dinding sel terhenti. Pembentukan dimulai dari dinding primer dan dilanjutkan ke dinding sekunder. Faktor lignin dalam membatasi permeabilitas dinding sel tanaman dapat dibedakan menjadi efek kimia dan efek fisik. Efek kimia, yaitu hubungan lignin-karbohidrat dan asetilisasi hemiselulosa. Lignin secara fisik membungkus mikrofibril dalam suatu matriks hidrofobik dan terikat secara kovalen dengan hemiselulosa. Hubungan antara lignin karbohidrat tersebut berperan dalam mencegah hidrolisis polimer selulosa (Chahal dan Chahal, 1998).

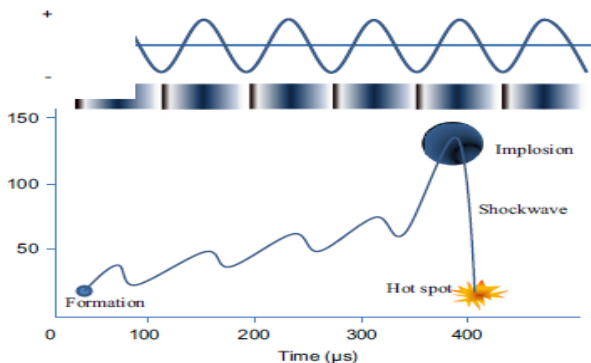


Gambar II.3 Model lignin (Hammel, 1997)

Sebagai perbandingan, seperti pada tiga komponen utama dalam biomassa lignoselulosa, struktur selulosa adalah yang paling sederhana dan paling teratur. Selulosa hanya terdiri dari unit glukosa anhidrat, sedangkan hemiselulosa mengandung banyak monomer gula yang berbeda. Akibatnya, selulosa bersifat kristalin dan hemiselulosa berstruktur acak, struktur amorf. Berbeda dari selulosa dan hemiselulosa, lignin merupakan yang paling kompleks, silang, biopolimer tiga dimensi dengan fenilpropana unit dengan sifat relatif hidrofobik dan aromatik. Perbedaan pada komposisi kimia dan struktur dalam lignin, hemiselulosa dan selulosa tersebut menyebabkan sangat berbedanya reaktivitas dari masing-masing. Misalnya, dekomposisi lignin dan hemiselulosa umumnya lebih mudah daripada selulosa (Zhou dkk, 2011).

II.3 Sonikasi

Gelombang suara berdasarkan frekuensinya, dapat dikelompokkan menjadi beberapa kelompok, yaitu infrasonik ($f < 20$ Hz), sonik (20 Hz-20 kHz), dan ultrasonik ($f > 20$ kHz). Gelombang ultrasonik umumnya memiliki *range* frekuensi 20 kHz hingga 500 MHz. Sonikasi merupakan suatu proses mekano-kimia yang terjadi karena adanya gelombang ultrasonik yang bekerja pada sistem. Dengan intensitas bunyi yang tinggi (ultrasonik), akan terjadi kavitasi akustik. Kavitasi akustik merupakan suatu pertumbuhan *micro-bubble* dalam liquid selama terjadinya *rarefaction* akibat tekanan negatif yang dihasilkan oleh banyaknya energi suara yang berdifusi ke dalam liquid. *Micro-bubble* tersebut mengalami siklus pembentukan, pertumbuhan, dan keruntuhan impulsif gelembung dalam liquid (Suslick, 1994). Hal ini menyebabkan *hot spot* singkat dengan pemanasan lokal yang intensif sampai 5000 K, tekanan sampai 1000 bar, serta pemanasan dan pendinginan di atas 10^{10} K/s (Suslick, dkk, 1989). Siklus dari pembentukan hingga keruntuhan gelembung di dalam liquid, dapat digambarkan sebagai berikut:



Gambar II.4 Fenomena Pembentukan Kavitasi yang Dihubungkan dengan Fluktuasi Tekanan Seiring dengan Perubahan Radius Gelembung (μm) Vs Waktu (μs) (Suslick, 1994)

Hal-hal yang terkait dengan kinetika kimia telah diamati bahwa ultrasonik dapat meningkatkan kereaktifan kimia pada suatu sistem yang secara efektif bertindak sebagai katalis untuk lebih mereaktifkan atom-atom dan molekul dalam sistem. Sebagai tambahan, pada reaksi yang menggunakan bahan padat, ultrasonik dapat memecah padatan dari energi yang ditimbulkan akibat pecahnya kavitasi. Efek yang diberikan adalah memberikan luas permukaan yang lebih besar pada komponen reaktan padat untuk meningkatkan laju reaksi (Suslick, 1994).

Ketika suhu reaksi berubah, sifat cairan akan mengalami perubahan, diantaranya viskositas, tegangan permukaan, kecepatan suara, dan tekanan uap air. Hal ini berpengaruh pada reaktivitas dan komposisi kimia. Terjadinya peningkatan suhu menyebabkan tekanan uap di dalam gelembung meningkat sehingga terjadi ledakan kavitasi. Peristiwa ledakan kavitasi ini menyebabkan suhu lokal di dalam rongga lebih rendah dibandingkan suhu keseluruhan. Akibatnya, radikal yang terbentuk pada tiap gelembung kavitasi menjadi lebih sedikit. Selain itu, adanya tekanan uap yang lebih tinggi akan

menyebabkan pembentukan gelembung menjadi lebih mudah. Pada umumnya, peningkatan suhu reaksi akan mengakibatkan penurunan terhadap kecepatan pembentukan radikal. Oleh karena itu, reaksi ultrasonik memperlihatkan perilaku yang berbanding terbalik dengan reaksi-reaksi radikal secara umum (Suslick, 1994). Reaksi yang terlibat dalam sistem sonikasi antara lain (Mason dan Peters, 2002):



Karena energi yang dihasilkan oleh sonikator sangat tinggi, maka kondisi tersebut dapat mengubah air menjadi radikal hidroksil dan atom hidrogen. Radikal hidroksil sangat reaktif membentuk hidrogen peroksida. Dengan adanya oksigen, reaksi dengan atom hidrogen dengan oksigen membentuk radikal hidroperoksil.

II.4 Pretreatment Untuk Bahan Berlignoselulosa

II.4.1 Delignifikasi dan *Alkaline Treatment*

Delignifikasi merupakan suatu proses pembebasan lignin dari suatu senyawa kompleks. Proses ini penting dilakukan sebelum hidrolisis bahan selulotik, sebab lignin dapat menghambat penetrasi asam sebelum hidrolisis berlangsung. Dengan pemberian perlakuan delignifikasi pada substrat maka selulosa alami diharapkan menjadi mudah dihidrolisis oleh proses hidrotermal.

Hal-hal mempengaruhi proses delignifikasi antara lain :

- a) Waktu pemanasan
- b) Konsentrasi larutan solvent
- c) Ukuran
- d) Perbandingan pelarut dengan bahan baku
- e) Suhu dan tekanan

Menurut Saha 2003, metode perlakuan awal terhadap limbah lignoselulosa dibedakan secara mekanik panas, perlakuan asam,

perlakuan alkali, dan perlakuan dengan menggunakan larutan organik. Macam-macam Metode Delignifikasi :

Tabel II.2. Macam-macam Metode Delignifikasi

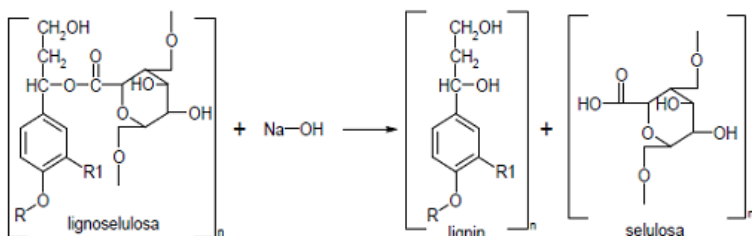
Metoda	Contoh
Mekanik panas	digerus, digiling, digunting, extruder
Autohydrolysis	tekanan uap, letusan uap, supercritical, carbondioxide explotion
Perlakuan asam	asam sulfat dan asam klorida encer,
	asam sulfat dan asam klorida pekat
Perlakuan alkali	sodium hidroksida, amonia, alkali hidrogen peroksida
Perlakuan pelarut organic	metanol, etanol, butanol, phenol

(Sumber : Saha,2003)

Salah satu jenis delignifikasi adalah delignifikasi konvensional, yaitu menghidrolisa bahan lignoselulosa menggunakan asam kuat. Tujuan dari metode delignifikasi ini yaitu untuk mendapatkan hasil α -Selulosa murni berbentuk bubuk dengan melarutkan serbuk kayu gergajian sengan dalam larutan asam atau alkali kuat. Selanjutnya setelah didapatkan produk α -Selulosa bubuk murni, produk ini akan melalui uji karakteristik yang menunjukkan bahwa produk tersebut dapat dikatakan sebagai mikrokristalin selulosa. Pada kenyataannya, proses *delignifikasi* secara konvensional tersebut memiliki beberapa kelemahan, terutama terhadap rendemen pemasakan yang rendah, biaya produksi tinggi, laju delignifikasi rendah dan pencemaran lingkungan karena adanya limbah larutan pemasak.

Pada proses delignifikasi menggunakan alkali dapat ditingkatkan dengan bantuan *ultrasonic* (sonikasi). Dengan

bantuan ultrasonik, % lignin dan % hemiselulosa yang hilang semakin meningkat dan juga dapat merusak struktur dari selulosanya. Gelombang ultrasonik bila berada di dalam medium cairan akan menghasilkan kavitasi akustik. Selama proses kavitasi akan terjadi (ketidakstabilan gelembung), yaitu pecahnya gelembung kecil akibat suara yang mengakibatkan terjadinya peristiwa *hotspot* yang melibatkan energi yang sangat tinggi. Suhu yang sangat tinggi dan tekanan dapat menghancurkan struktur kristal bahan padat (Filson, 2009). Dalam penelitian ini delignifikasi dilakukan dengan menggunakan larutan NaOH karena larutan ini dapat merusak struktur lignin pada bagian kristalin dan amorf serta memisahkan sebagian hemiselulosa. Julfana Rika (2012) mengatakan bahwa Ekstraksi hemiselulosa dapat menggunakan pelarut seperti NaOH, NH_4OH dan KOH. Di antara ketiga pelarut tersebut yang paling baik digunakan adalah NaOH. Hemiselulosa memiliki struktur amorf sehingga penggunaan NaOH dapat menghilangkan lignin sekaligus mengekstraksi hemiselulosa. Dalam penelitian Safaria (2013) larutan NaOH dapat menyerang dan merusak struktur lignin pada bagian kristalin dan amorf serta memisahkan sebagian hemiselulosa.



Gambar II.5. Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa menggunakan NaOH

Ion OH^- dari NaOH akan memutuskan ikatan-ikatan dari struktur dasar lignin sedangkan ion Na^+ akan berikatan dengan lignin membentuk natrium fenolat. Garam fenolat ini

bersifat mudah larut. Lignin yang terlarut ditandai dengan warna hitam pada larutan yang disebut lindi hitam (*black liquor*). Setelah proses perendaman, sampel disaring untuk membuang lignin yang terlarut dalam larutan tersebut kemudian sampel ini dicuci menggunakan air untuk membersihkan larutan yang masih menempel pada sampel. Sampel yang sudah dicuci ini dikeringkan untuk mengurangi kadar air yang terdapat dalam sampel. Hasil yang diperoleh yaitu berkurangnya berat sampel dan terjadinya perubahan fisik serta berubahnya warna serbuk gergajian kayu sengon. Hal ini dapat diduga bahwa kandungan lignin yang terdapat pada serbuk gergajian kayu sengon telah hilang dan lepas sehingga didapatkan sampel selulosa.

Adapun jenis-jenis metode delignifikasi yang biasa digunakan adalah sebagai berikut:

1. Delignifikasi Dengan Metode Mekanik

Disini pulp dibuat dengan tidak menggunakan zat-zat kimia, cukup dengan mesin saja tanpa pereaksi-pereaksi kimia. Sedangkan untuk proses-proses yang lain memakai pereaksi-pereaksi kimia. Pembuatan pulp secara mekanik ini memerlukan biaya yang sangat besar, disebabkan disini tidak dipakai pereaksi kimia untuk menghancurkan potongan potongan kayu yang akan dijadikan pulp. Maka cara ini jarang dipakai. Lagi pula lignin yang masih terkandung dalam bubur kertas akan sulit untuk dipisahkan.

2. Delignifikasi Dengan Metode Basa

Bahan baku yang telah dipotong potong akan dimasukkan ke dalam digester. Dalam larutan tersebut dimasukkan larutan pemasak NaOH 7%, untuk proses soda NaOH, Na₂S dan Na₂CO₃ untuk proses sulfat. Pemasakan ini berguna untuk memisahkan selulosa dari zat-zat yang lain termasuk lignin. Reaksi sebenarnya rumit sekali, tetapi secara sederhana dapat ditulis:

Larutan pemasak kayu → pulp + senyawa-senyawa alkohol + senyawa-senyawa asam + merkaptan + zat pengotor.

Kemudian campuran yang selesai dimasak tersebut dimasukkan ke dalam mesin pemisah pulp dan disaring. Pulp yang kasar dapat digunakan sebagai karton dan pulp halus yang warnanya masih cokelat karena bercampur dengan lignin. Lignin yang terbawa dalam proses pemasakan akan dihilangkan dengan menggunakan proses pemucatan. Pemucatan dilakukan dengan menggunakan kaporit atau natrium hipoklorit. Pada proses basa dapat diketahui bahwa delignifikasi menggunakan bahan yang relatif lebih banyak dan berbahaya. Penggunaan air yang banyak juga perlu diperhatikan karena limbah yang dihasilkan harus dicairkan terlebih dahulu.

3. Deliginikasi Dengan Metode Asam

Secara garis besar, proses sulfit dilakukan melalui tahap - tahap yang sama dengan proses basa. Tetapi larutan yang digunakan adalah SO_2 , $\text{Ca}(\text{HSO}_3)_2$ dan $\text{Mg}(\text{HSO}_3)_2$. Pembuatan kertas pulp yang sudah siap diolah dengan bahan-bahan penolong seperti perekat damar, kaolin, gips, kalsium karbonat, tawas aluminium, kertas bekas, zat warna dan lain-lain. Pada digester prinsipnya sama seperti panci masak di dapur tempat ibu memasak. Potongan kayu atau serat tanaman yang disebut chips dimasak dengan suhu dan tekanan tinggi dalam suatu larutan kimia penghancur. Larutan dan proses masak ini akan melembutkan dan akhirnya memisahkan serat kayu yang diinginkan dari lignin yaitu unsur kayu semacam lem yang menahan serat kayu bersatu. Pada metode asam ini relatif berbahaya karena bahan yang digunakan menggunakan senyawa sulfit dengan jumlah yang sangat besar karena digunakan sebagai larutan pemasak.

4. Delignifikasi Dengan Metode Björkman

Metode Björkman disebut juga “lignin kayu yang digiling” (*Milled Wood Lignin/MWL*) yaitu metode isolasi lignin dengan cara menggiling bubuk kayu dalam penggiling bola, baik dalam keadaan kering atau dengan hanya adanya pelarut-pelarut, misalnya *toluene*. Struktur sel kayu rusak dan bagian lignin

(biasanya tidak lebih dari 50%) dapat diperoleh dari suspensi dengan cara mengekstraksi dengan campuran dioksana-air.

5. Delignifikasi Dengan Metode CEL (*Cellulothic Enzyme Lignin*)

Metode lignin enzim selulotik adalah isolasi lignin menggunakan enzim yang dihasilkan dari mikroorganisme perusak kayu (dalam hal ini jamur). Limbah atau serbuk kayu direndam semalam, selanjutnya diberi jamur perusak kayu dan diinkubasi. Selulosa diuraikan oleh jamur penghasil enzim, dan lignin terpisah dalam bentuk endapan.

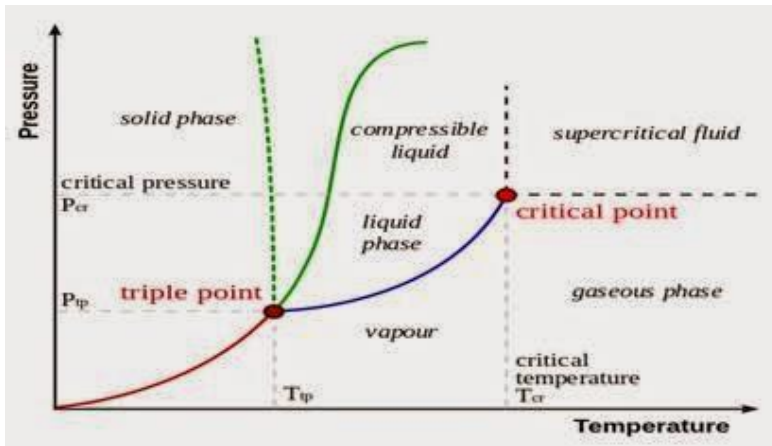
Alkaline Treatment adalah suatu cara yang paling banyak digunakan untuk proses delignifikasi biomassa. Larutan alkali seperti NaOH dapat memodifikasi kandungan lignin dengan cara memotong ikatan *xylan* dan lignin (Preeti, 2003).

II.5. Hidrotermal

Salah satu metode yang dapat dipakai untuk mendegradasi selulosa adalah dengan menggunakan metode hidrotermal. Metode ini memanfaatkan air sebagai media degradasi pada kondisi subkritis hingga superkritis. Air pada kondisi ini memiliki sifat dapat melarutkan hampir semua senyawa organik serta gas. Reaksi ionik dan reaksi radikal bebas dari air menyebabkan selulosa yang tidak larut dalam air menjadi larut dan selanjutnya terdegradasi menjadi rantai polimer glukosa dan monomer glukosa serta turunannya.

Air terinklusi dalam molekul selulosa dan memutus ikatan hidrogen pada rantai-rantai selulosa, selanjutnya memutus ikatan β (1-4) glikosidik antar molekul glukosa. Produk yang diharapkan berupa rantai polimer glukosa, berupa cellobiosa, cellotriosa, cellotetraosa dan cellopentaosa. Produk ini merupakan produk kimia antara (*chemical intermediate product*), sehingga diperlukan kondisi operasi dan metode yang tepat agar produk yang dihasilkan semakin banyak. Proses hidrotermal merupakan proses hidrolisis yang terjadi dalam air pada tekanan tinggi *Hot Compressed Water* (HCW) diikuti dengan reaksi termal (Sasaki,

dkk, 1998). Secara umum, HCW dapat dijelaskan sebagai air yang berada pada daerah subkritis (daerah antara titik didih dan titik kritis) dan superkritis (daerah atas titik kritis). Pembagian daerah ini dapat dilihat pada diagram fase berikut:



Gambar II.6 Diagram Fase Air

Pada kondisi dekat titik kritis, air memiliki sifat fisik dan kimia yang berbeda pada kondisi normal. Peningkatan suhu hingga mendekati titik kritis dapat meningkatkan produksi ion hydronium (H_3O^+) dan hidroksida (OH^-) hingga 100 kali lipat. Ini menyebabkan berbagai reaksi dengan air semakin mungkin terjadi dan hal ini mengikuti hukum Arrhenius mengenai konstanta kecepatan reaksi. Tingginya produk ionisasi menunjukkan bahwa pada keadaan tersebut tersebut terdapat adanya asam kuat dan basa kuat secara bersamaan (Arai, 2002). Keadaan ini menjadikan kegunaan air semakin luas, disebabkan sifat asam dan basa yang semakin kuat. Sehingga air dapat berperan sebagai katalisator, degradator, oksidator, dll.

II.6. *Hot Compressed Water*

Hot Compressed Water (HCW) adalah air yang berada pada daerah (*near critical hydrothermal*) dan supercritical, temperatur diatas 200°C dan tekanan tinggi. HCW memiliki beberapa keistimewaan tersendiri, salah satunya adalah mengenai properti transport dan reaktifitasnya terhadap reaksi kimia. Hal ini membuka peluang untuk memanfaatkan keistimewaan yang dimiliki oleh HCW pada sintesa senyawa organik, degradasi senyawa berbahaya dan lain-lain. Properti yang dimiliki oleh HCW sangat tergantung pada temperatur dan tekanan. Sehingga reaksi yang terjadi pada HCW ini juga sangat tergantung pada temperatur dan tekanan. Peningkatan temperatur pada region dibawah titik kritis akan meningkatkan jumlah ion yang dihasilkan dari disosiasi air hingga mencapai 100 kali lipat. Pada kondisi ini air dapat berperan sebagai prekursor katalis yang berbasis asam maupun basa.

Reaksi yang terjadi pada keadaan ini adalah jenis reaksi ionik, yang meliputi reaksi sintesis maupaun degradasi seperti reaksi liquifikasi biomassa. Sebaliknya pada daerah superkritis, produk disosiasi air mengalami penurunan yang sangat drastis. Air menjadi bersifat menyerupai pelarut non polar. Akan tetapi struktur molekul dari air tidak mengalami perubahan, sehingga masih menyimpan sifat polar dan dapat berinteraksi dengan ion-ion lain. Selain itu karena roperti yang tergantung pada kondisi operasi, HCW juga dikenal sebagai pelarut yang dapat dimodifikasi. HCW dapat diatur untuk pelarut polar maupun non polar (Kruse, dkk., 2006).

II.7. *Bleaching*

Prinsip *bleaching* yakni mereaksikan lignin dengan bahan pemutih dengan tanpa merusak selulosa. Tujuan utama proses *bleaching* secara umum adalah untuk memperbaiki *brightness*, memperbaiki kemurnian, dan meminimisir terjadinya degradasi serat selulosa. Faktor yang mempengaruhi kesuksesan suatu proses pemutihan antara lain adalah alkalinitas, suhu *bleaching*,

konsentrasi zat pemutih dan waktu. Salah satu zat yang biasa digunakan sebagai agen *bleaching* adalah hidrogen peroksida (Sinaga, 2008). Proses *bleaching* menggunakan bahan kimia H_2O_2 , $NaClO_2$, dan HCl . pada proses ini bertujuan untuk melarutkan sisa senyawa lignin dengan cara mendegradasi rantai lignin yang panjang oleh bahan kimia pemutih menjadi rantai-rantai lignin yang pendek, sehingga lignin dapat larut pada saat pencucian dalam air atau alkali (Fengel, 1995).

II.8. Karakterisasi Derajat Kristalinitas

Knapczyk, Simon dan Kent (1992) menyatakan bahwa struktur molekul yang susunan keteraturannya tinggi disebut kristalin. Sedangkan struktur molekul yang susunannya tidak teratur disebut amorf. Pengukuran derajat kristalinitas dapat dilakukan dengan menggunakan Difraktometer sinar-X (*X-Ray Diffractometer*, XRD). Menurut Sutiani (1997), difraktometer sinar-X merupakan suatu alat yang dapat menentukan derajat kristalinitas suatu polimer. Bagian kristalin dan amorf suatu polimer dapat berinteraksi dengan sinar-X dan menunjukkan aktifitas difraksi yang spesifik. Derajat kristalinitas dapat ditentukan bila difraksi kristalin dapat dipisahkan dari difraksi amorf. Derajat kristalinitas diketahui dengan cara menghitung perbandingan luas difraksi kristalin terhadap luas total difraksi.

II.9. Karakterisasi Morfologi

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) merupakan suatu metode untuk membentuk bayangan daerah mikroskopis permukaan sampel. Suatu berkas elektron berdiameter antara 5 hingga 10 nm dilewatkan sepanjang *spesimen* sehingga terjadi interaksi antara berkas elektron dengan *spesimen* menghasilkan beberapa fenomena berupa pemantulan elektron berenergi tinggi, pembentukan elektron sekunder berenergi rendah, penyerapan elektron, pembentukan sinar-X, atau pembentukan sinar tampak (*cathodoluminescence*). Setiap sinyal

yang terjadi dapat dimonitor oleh suatu detektor (Eli Rohaeti, 2009).

BAB III

METODE PENELITIAN

Metode penelitian yang akan digunakan dalam penelitian ini terdiri dari: *Pretreatment* serbuk gergaji kayu sengon dengan proses delignifikasi alkali dibantu ultrasonik dan proses hidrotermal. Sebelum dilakukan *pretreatment* delignifikasi ultrasonik serbuk gergaji kayu sengon di *treatment* secara mekanik hingga berbentuk bubuk berukuran 40 *mesh*. Kemudian dilakukan delignifikasi ultrasonik menggunakan NaOH 0,5 M dengan perbandingan serbuk gergaji kayu sengon dan larutan NaOH (1:30 (w/v)) pada suhu 30°C dan 40°C selama 30, 45, 60, 75 dan 90 menit. Selanjutnya produk delignifikasi dipisahkan antara padatan dan *liquidnya*, padatan di-*bleaching* menggunakan NaOCl 5% pada suhu 50°C hingga warna padatan menjadi putih. Kemudian padatan dicuci menggunakan *aquadest* hingga pH netral (pH 7). Setelah itu padatan dikeringkan dengan oven pada suhu $\pm 45^{\circ}\text{C}$ selama 24 jam. Padatan dianalisa menggunakan analisa SEM, XRD dan metode Chesson.

Produk delignifikasi selanjutnya digunakan sebagai bahan baku proses hidrotermal. Pada proses hidrotermal, digunakan 0,16 gram produk delignifikasi ultrasonik dalam 16 mL *aquadest* yang kemudian dimasukkan dalam reaktor hidrotermal dengan sistem *batch*. Gas N_2 dialirkan untuk menaikkan tekanan hingga 80 bar dalam reaktor. Reaktor kemudian dimasukkan dalam *oil bath*, suhu dalam reaktor diatur pada 120°C dan 160°C proses hidrotermal pada variabel waktu 45 hingga 105 menit dengan interval 15 menit. Produk yang didapat dipisahkan antara padatan dan *liquidnya*. Kemudian padatan dianalisa menggunakan XRD dan SEM.

III. 1 Variabel Penelitian

Variabel penelitian yang digunakan adalah sebagai berikut:

Variabel tetap :

- ✚ Proses Delignifikasi Ultrasonik
 - Konsentrasi NaOH = 0,5 M
- ✚ Proses Hidrotermal
 - Tekanan gas N₂ = 80 bar

Variabel berubah :

- ✚ Proses Delignifikasi Ultrasonik
 - Waktu = 30, 45, 60, 75 dan 90 (menit)
 - Temperatur = 30°C dan 40°C
- ✚ Proses Hidrotermal
 - Waktu hidrotermal = 45, 60, 75, 90, dan 105 (menit)
 - Suhu Proses = 120°C dan 160°C

III. 2 Bahan yang digunakan

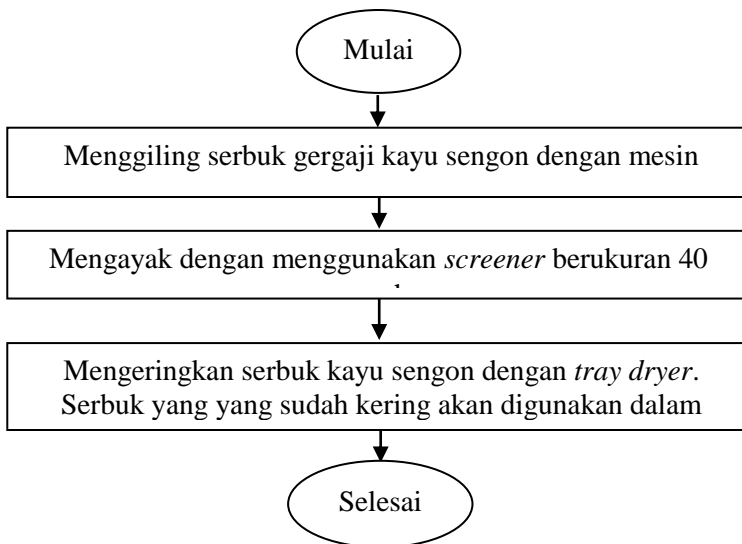
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

- Serbuk gergaji kayu sengon
- NaOH 99% (Merck)
- *Aquadest*
- Gas penekan N₂
- NaOCl 12% (Merck)
- H₂SO₄ 95% (Merck)

III. 3 Proses *Preatretment*

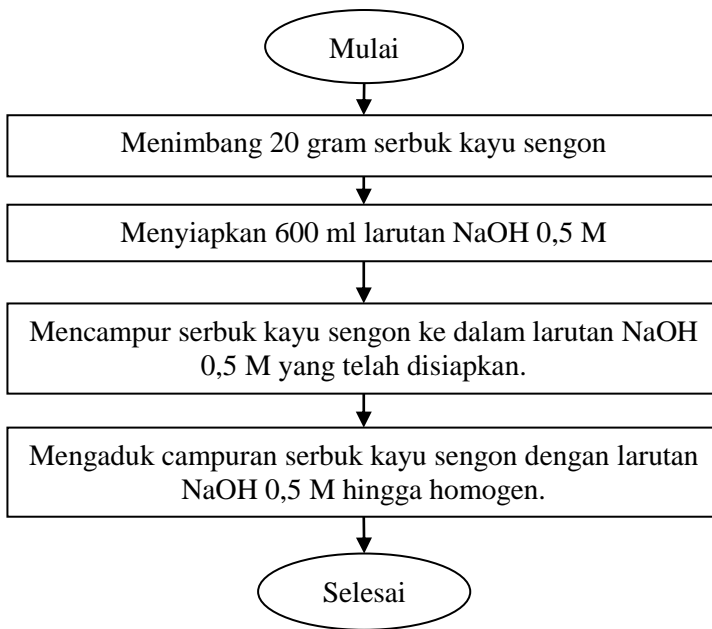
III.3.1 Tahap persiapan bahan baku

1. Menggiling serbuk gergaji kayu sengon dengan mesin penggiling
2. Mengayak dengan menggunakan *screener* berukuran 40 mesh.
3. Mengeringkan serbuk kayu sengon dengan *tray dryer*. Serbuk yang sudah kering akan digunakan dalam penelitian ini.



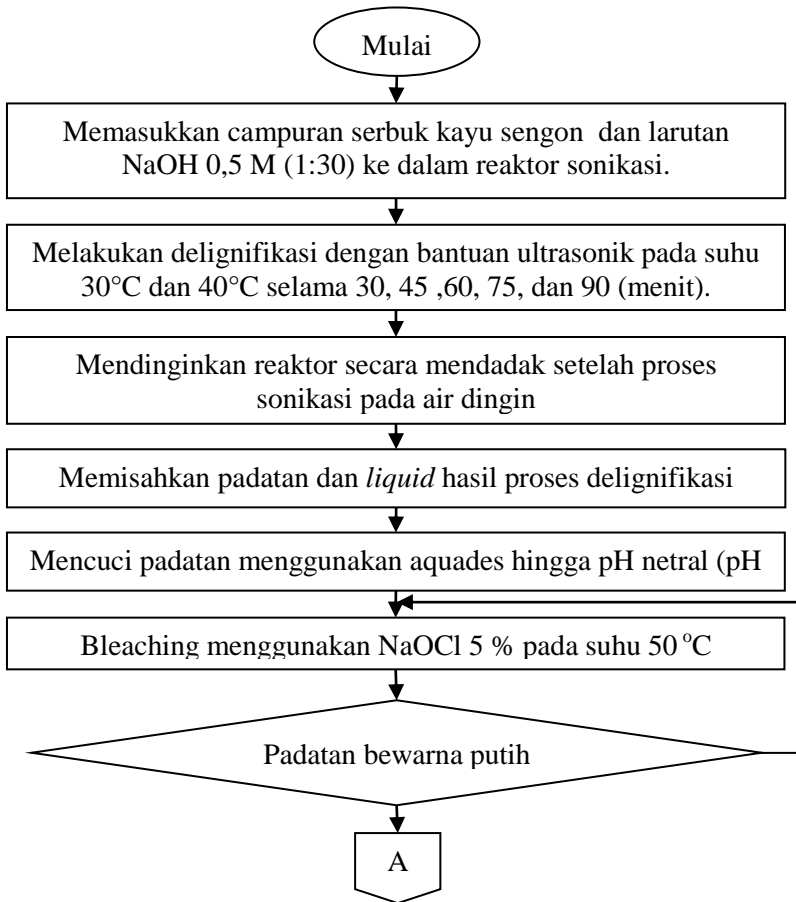
III.3.2 Tahap *pretreatment* (delignifikasi ultrasonik) serbuk kayu sengon

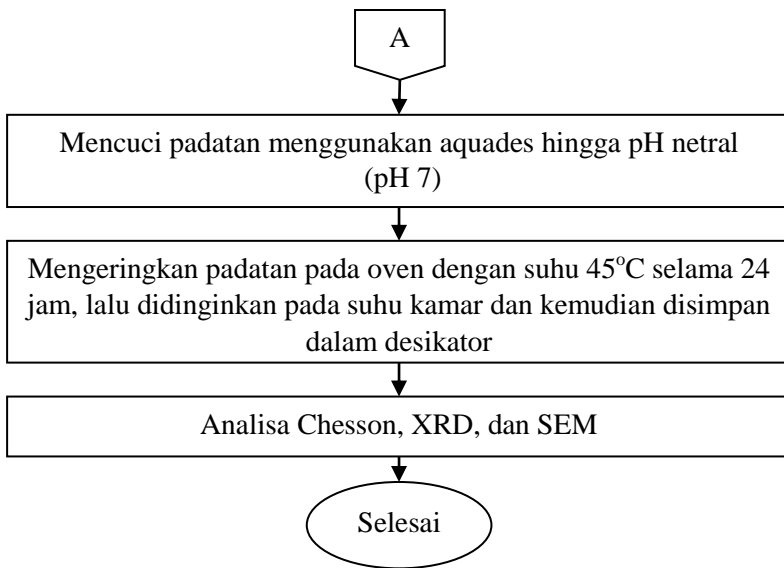
1. Tahap persiapan bahan
 - a. Menyiapkan 20 gram serbuk kayu sengon.
 - b. Menyiapkan 600 ml aquades dan 600 ml larutan NaOH 0,5 M.
 - c. Memasak serbuk kayu sengon dengan aquades pada suhu 100°C selama 1 jam, kemudian disaring dan dimasukkan oven bersuhu 45°C selama 24 jam.
 - d. Mencampur serbuk kayu sengon ke dalam larutan NaOH 0,5 M yang telah disiapkan.
 - e. Mengaduk campuran serbuk kayu sengon dengan larutan NaOH 0,5 M hingga homogen.



2. Tahap proses delignifikasi ultrasonik
 - a. Memasukkan campuran serbuk kayu sengon dan larutan NaOH 0,5 M ke dalam reaktor sonikasi.
 - b. Melakukan delignifikasi dengan bantuan ultrasonik pada suhu 30°C dan 40°C selama 30, 45, 60, 75, dan 90 (menit).
 - c. Mendinginkan reaktor secara mendadak setelah proses sonikasi pada air dingin.
 - d. Memisahkan padatan dan *liquid* hasil proses delignifikasi.
 - e. Melakukan proses bleaching menggunakan NaOCl 5% pada suhu 50°C hingga warna padatan menjadi putih.
 - f. Mencuci padatan menggunakan aquades hingga pH netral (pH 7).
 - g. Mengeringkan padatan pada oven dengan suhu 45°C selama 24 jam, lalu didinginkan pada suhu kamar dan kemudian disimpan dalam desikator.

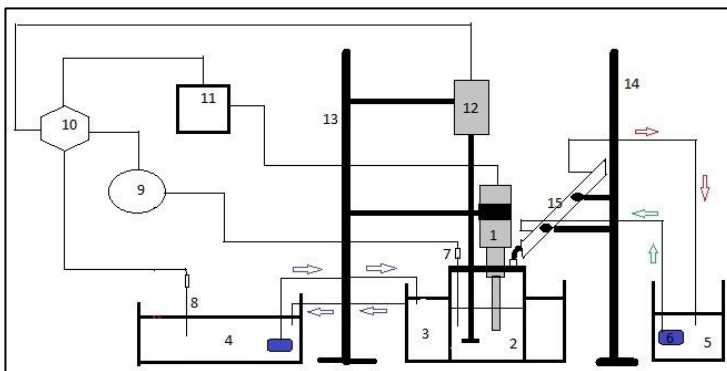
- h. Menganalisa sampel dengan dua metode antara lain :
- a) Analisa Chesson untuk mengetahui kadar selulosa, hemiselulosa dan lignin pada sampel setelah proses delignifikasi.
 - b) Analisa SEM untuk mengetahui morfologi sampel setelah proses delignifikasi.
 - c) Analisa XRD untuk mengetahui kristalinitas sampel setelah proses delignifikasi.





III.3.3 Peralatan Penelitian

Proses delignifikasi ultrasonik



Gambar III.1 Peralatan sonikasi

Keterangan:

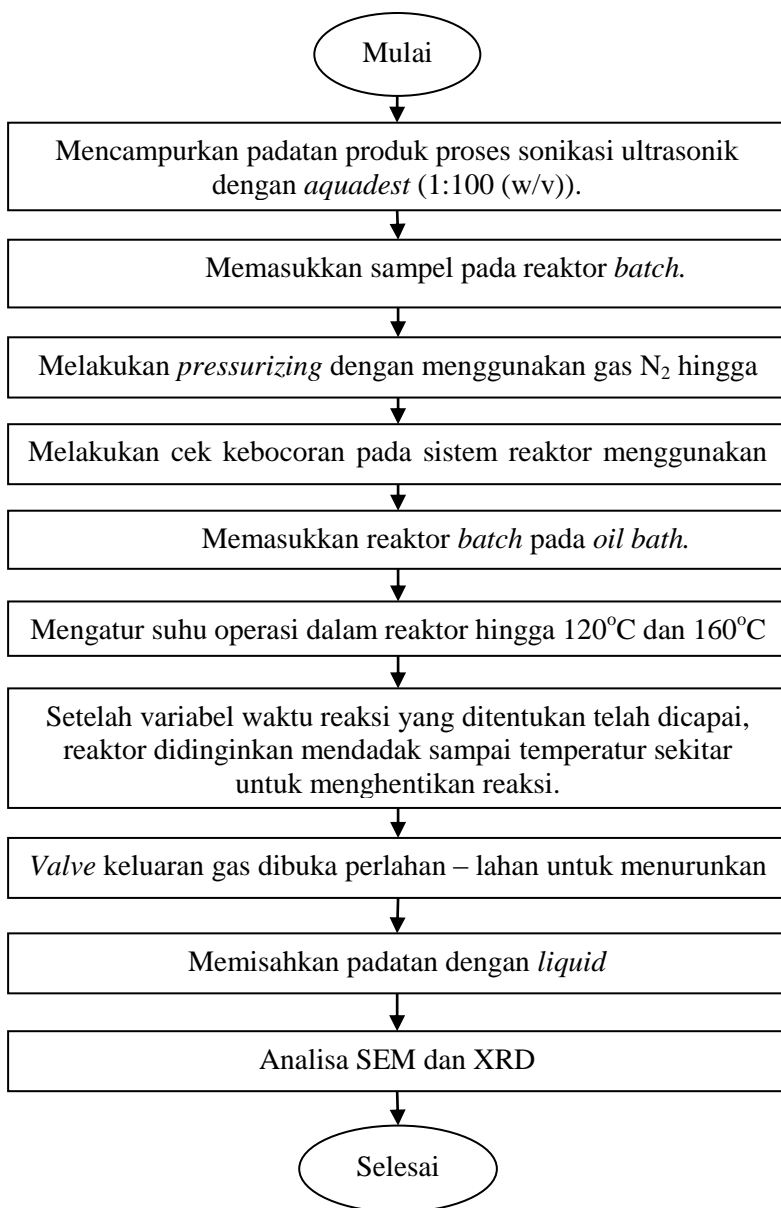
- | | |
|--|----------------------------------|
| 1. <i>Probe</i> Sonikasi | 8. <i>Thermocouple</i> |
| 2. <i>Beaker glass</i>
(reaktor sonikasi) | 9. <i>Controller temperature</i> |
| 3. <i>Waterbath</i> | 10. Sumber listrik |
| 4. <i>Waterbath</i> | 11. Generator ultrasonik |
| 5. <i>Waterbath</i> | 12. Motor pengaduk |
| 6. Pompa | 13. Statif |
| 7. <i>Thermocouple</i> | 14. Statif |
| | 15. Kondensor <i>reflaks</i> |

III.3.4 Proses hidrotermal**A. Persiapan Reaktan**

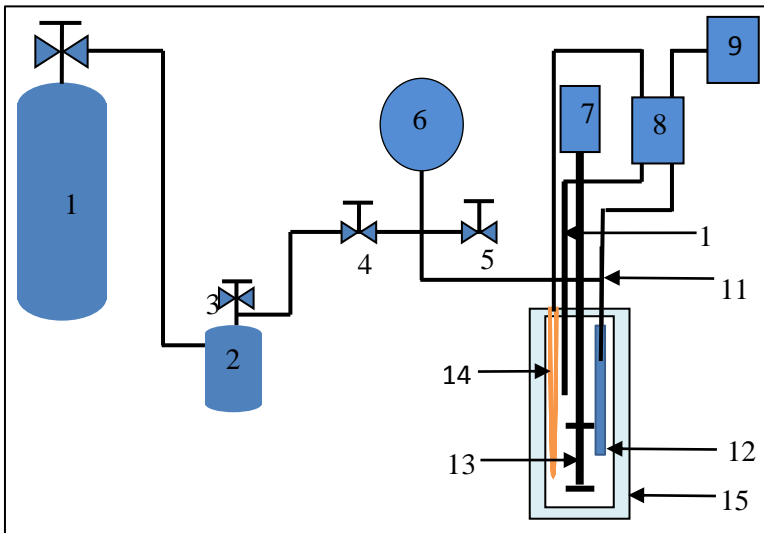
1. Campuran 0,16 gram produk delignifikasi ultrasonik dalam 16 mL *aquadest*.

B. Proses Hidrotermal

1. Memasukkan sampel pada reaktor *batch*.
2. Melakukan *pressurizing* dengan menggunakan gas N₂ hingga 80 Bar.
3. Melakukan cek kebocoran pada sistem reaktor menggunakan air sabun.
4. Memasukkan reaktor *batch* pada *oil bath*.
5. Mengatur suhu operasi dalam reaktor hingga 120 °C.
6. Setelah variabel waktu reaksi yang ditentukan telah dicapai, reaktor didinginkan mendadak sampai temperatur sekitar untuk menghentikan reaksi.
7. *Valve* dibuka perlahan – lahan untuk menurunkan tekanan.
8. Setelah tekanan atmosferik tercapai, reaktor dilepaskan dari rangkaian alat.
9. Sampel diambil dari reaktor.
10. Produk padatan dan *liquid* dipisahkan.
11. Produk padatan dianalisa menggunakan XRD dan SEM.



III.3.4.1 Peralatan hidrotermal



Gambar III.2 Peralatan Hidrotermal

Keterangan:

- | | |
|---------------------------|-------------------------|
| 1. Tabung N ₂ | 9. Sumber listrik |
| 2. Gas booster | 10. Thermocouple |
| 3. Safety valve | 11. Thermocouple |
| 4. Valve menuju reaktor | 12. Reaktor hidrotermal |
| 5. Safety valve | 13. Impeller |
| 6. Pressure gauge | 14. Heater |
| 7. Motor pengaduk | 15. Oil bath |
| 8. Controller temperature | |

C. Analisis Produk

1. Analisa Padatan

Produk padat yang dihasilkan oleh proses sonikasi dan proses hidrotermal dilakukan analisis SEM, dan XRD.

- SEM dilakukan untuk mengetahui struktur dan morfologi dari bahan baku sebelum dan setelah proses delignifikasi menggunakan sonikasi.
- XRD untuk mengetahui struktur kristal dari bahan baku yang dihasilkan.

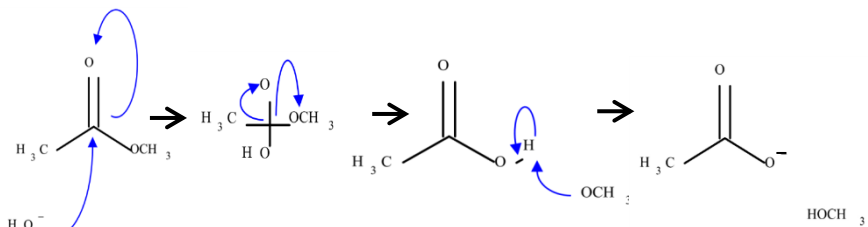
BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Microcrystalline cellulose merupakan selulosa yang umumnya memiliki panjang 1-100 μm dengan persentase kristalinitas sebesar 55%-85% (Brinchi, 2013; Kalia dkk., 2011). *Microcrystalline Cellulose* (MCC) merupakan material yang biasa digunakan sebagai *filler* pada industri farmasi, sumber lemak pada industri makanan, material komposit dalam industri plastik dan digunakan dalam industri kosmetik (Shatkin, 2014). Dalam penelitian ini bahan baku yang digunakan adalah serbuk gergajian kayu sengon. Dari analisa chession serbuk gergaji kayu sengon memiliki kandungan 41,17% selulosa, 22,26% hemiselulosa, 17,51% lignin. Proses pembuatan *Microcrystalline Cellulose* (MCC) dilakukan dengan 2 tahapan utama yakni proses delignifikasi dan proses hidrolisis.

IV.1 Proses Delignifikasi (Alkali) dengan Sonikasi

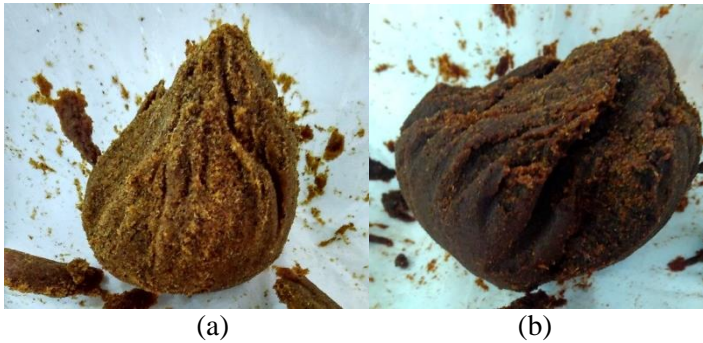
Proses delignifikasi bertujuan untuk menghilangkan kandungan lignin dan hemiselulosa dalam serbuk gergajian kayu sengon. Delignifikasi/sonikasi dilakukan dengan mencampurkan serbuk kayu sengon dengan larutan NaOH 0,5 M (1/30 (w/v)). Kemudian campuran tersebut disonikasi dengan variable yang ada. Dalam proses delignifikasi/sonikasi larutan NaOH dapat merusak struktur lignin dan sebagian selulosa. Setelah proses delignifikasi/sonikasi, padatan disaring dan dicuci dengan menggunakan aquades hingga pH netral (pH 7).



Gambar IV.1.1 Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa menggunakan NaOH

Reaksi utama yang terjadi pada proses delignifikasi adalah pemutusan ikatan antara lignin dan bagian dari hemiselulosa. Ikatan ester antara *ferulic acid* (lignin) dan karbohidrat (hemiselulosa) sangat mudah untuk mengalami degradasi oleh ion OH^- dari disosiasi NaOH. Mekanisme delignifikasi dapat dilihat pada Gambar IV.1.1, dimana ion OH^- akan menyerang karbon dari iktan ester. Selanjutnya tetrahedral terbentuk, namun secara cepat akan runtuh ketika sebuah atom oksigen bermuatan negatif mengeluarkan alkoksida (OCH_3) dari asam karboksilat. Dalam reaksi yang sangat cepat, alkoksida yang dihasilkan bertindak sebagai dasar, deprotonisasi asam karboksilat (Modenbach, 2013).

Ion Na^+ akan berikatan dengan lignin membentuk natrium fenolat yang bersifat mudah larut. Suhu larutan pemasak selama proses delignifikasi merupakan salah satu faktor yang akan mempengaruhi kecepatan reaksi pelarutan lignin, selulosa dan hemiselulosa. Selulosa tidak akan rusak saat proses pelarutan lignin jika konsentrasi larutan pemasak yang digunakan rendah dan suhu yang digunakan sesuai. Pemakaian suhu di atas 180°C menyebabkan degradasi selulosa lebih tinggi, dimana pada suhu ini lignin telah habis terlarut dan sisa bahan pemasak akan mendegradasi selulosa (Casey 1980).



Gambar IV.1.2 (a) Padatan Serbuk Kayu Sengon Sebelum dilakukan Proses Delignifikasi, dan (b) Padatan Serbuk Kayu Sengon Setelah dilakukan Sonikasi 30°C selama 30 menit

Gambar IV.1.2 memperlihatkan perlakuan alkali membuat warna serbuk kayu berubah menjadi semakin hitam seiring dengan bertambahnya waktu dan temperature delignifikasi/sonikasi. Perubahan warna pada lignoselulosa disebabkan oleh adanya reaksi antara larutan alkali dan lignin yang menghasilkan larutan yang berwarna kehitaman (black liquor). Black liquor yang masih terdapat dalam serbuk kayu akan menyebabkan padatan bewarna coklat kehitaman bila dibandingkan dengan padatan sebelum proses delignifikasi/sonikasi.

Setelah proses delignifikasi/sonikasi, produk padatan diproses lanjut pada proses *bleaching*. Proses bleaching bertujuan untuk memperbaiki *brightness*, memperbaiki kemurnian, dan meminimalisir terjadinya degradasi serat selulosa. Proses ini melarutkan sisa senyawa lignin dengan cara mendegradasi rantai lignin yang panjang menjadi rantai-rantai lignin yang pendek, sehingga lignin dapat mudah larut dalam air pada saat pencucian (Fengel, 1995). Proses bleaching dilakukan dengan menggunakan larutan NaOCl 5% dengan temperatur 50°C selama 1 jam. Proses ini dilakukan secara berulang hingga padatan yang diperoleh

bewarna putih. Hasil yang diperoleh yaitu berkurangnya berat sampel dan terjadinya perubahan fisik serta berubahnya warna serbuk gergajian kayu sengon. Hal ini dapat diduga bahwa kandungan lignin yang terdapat pada serbuk gergajian kayu sengon telah hilang dan lepas sehingga didapatkan sampel selulosa. Padatan yang diperoleh kemudian dikeringkan dengan menggunakan *freezedry* kemudian dianalisa dengan menggunakan Chesson, SEM, dan XRD.



(a)



(b)

Gambar IV.1.3 (a) Padatan Serbuk Kayu Sengon dan Larutan Black Liquor Setelah dilakukan Sonikasi dan (b) Padatan Serbuk Kayu Hasil Sonikasi Setelah dilakukan Proses Bleaching

Berdasarkan Gambar IV.1.3 dapat diketahui bahwa padatan hasil sonikasi yang awalnya berwarna coklat tua kemudian dilakukan proses bleaching dengan larutan NaOCl 5% berubah warna menjadi putih sedikit kekuningan. Hal ini terjadi karena larutan NaOCl melarutkan sisa senyawa lignin yang masih terperangkap dalam padatan produk.

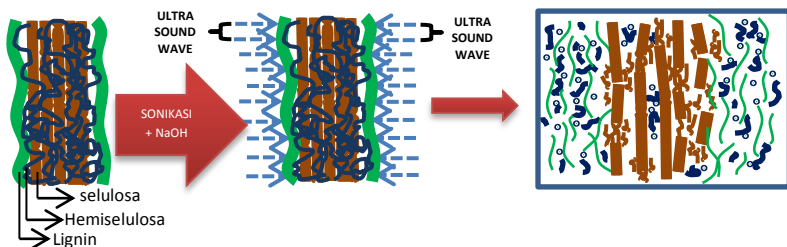
Pada proses bleaching terjadi dua reaksi yaitu klorinasi dan oksidasi. Reaksi ini menyebabkan perubahan warna selulosa dari coklat menjadi putih dan lignin menjadi mudah larut dalam air sehingga saat pencucian, lignin akan terbawa oleh air dan tersisa α -selulosa.

Produk padatan dari proses delignifikasi/sonikasi dianalisis menggunakan analisa Chesson yang bertujuan untuk mengetahui kadar selulosa, hemiselulosa, dan lignin dalam sampel.

Tabel IV.1.1 Hasil Perhitungan Kadar Selulosa, Hemiselulosa dan Lignin

Kadar	Native	Sonikasi Suhu 30°C		Sonikasi Suhu 40°C	
		30 menit	90 menit	30 menit	90 menit
Selulosa	41,17%	75.3%	76.51%	77.96%	75.96%
Hemiselulosa	22,26%	10.38%	9.64%	8.14%	7.71%
Lignin	17,51%	2,58%	1,6%	0,93%	0,41%

Berdasarkan Tabel IV.1.1 hasil analisa Chesson untuk native serbuk kayu sengon memiliki kandungan selulosa yang cukup tinggi yakni sebesar 41,17%. Setelah dilakukan proses delignifikasi/sonikasi, kadar lignin yang terkandung dalam sampel semakin menurun seiring dengan perubahan suhu dan lamanya waktu sonikasi. Sedangkan untuk kadar selulosa tertinggi terdapat pada sampel hasil sonikasi dengan temperature 40°C selama 30 menit yakni sebesar 77,96%.

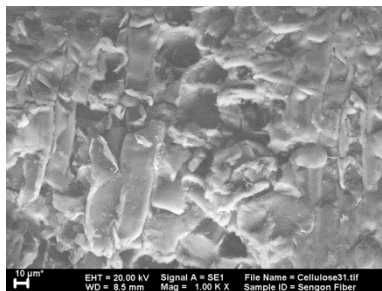


Gambar IV.1.4 Pengaruh Treatment Sonikasi Terhadap Struktur Kayu Sengon

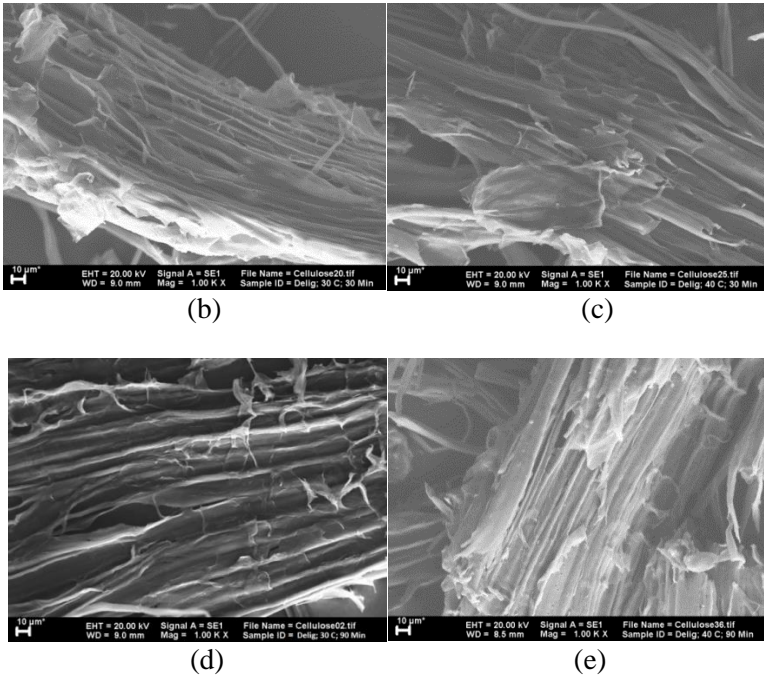
Gambar IV.1.4 menunjukkan ilustrasi proses delignifikasi dengan sonikasi. Ketika proses sonikasi dijalankan, gelombang

ultrasonik dalam larutan NaOH akan menimbulkan efek kavitasi akustik. Kavitasi akustik merupakan suatu pertumbuhan *micro-bubble* dalam media liquid melalui siklus pembentukan, pertumbuhan, dan keruntuhan impulsif gelembung dalam liquid. Ketika *micro-bubble* mengalami siklus keruntuhan impulsif, maka *micro-bubble jet* akan terbentuk dan mengenai bagian serbuk kayu sengon. Akibatnya lignin dan hemiselulosa yang melingkupi selulosa, akan mengalami kerusakan dan terpisah dari selulosa. Efek kavitasi akustik juga akan menimbulkan ion radikal OH yang berfungsi sebagai agen pemutus ikatan ester antara *ferulic acid* (lignin) dan karbohidrat (hemiselulosa). Kemudian ion Na^+ dari NaOH akan berikatan dengan lignin membentuk asam fenolat yang bersifat mudah larut (Suslick, 1994).

Selanjutnya produk padatan dianalisis dengan menggunakan SEM (Scanning Electron Microscopy) yang bertujuan untuk mengetahui perubahan morfologi dari serbuk gergajian kayu sengon setelah proses delignifikasi/sonikasi.



(a)

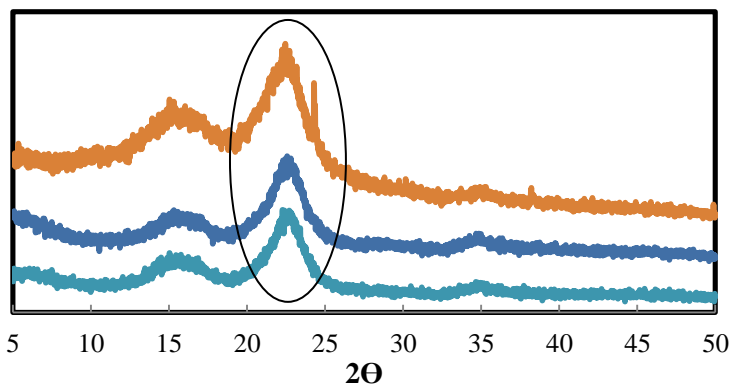


Gambar IV.1.5 Morfologi dari (a) Native, Produk delignifikasi/sonikasi pada: (b) suhu 30°C selama 30 menit, (c) suhu 40°C selama 30 menit, (d) suhu 30°C selama 90 menit, (e) suhu 40°C selama 90 menit.

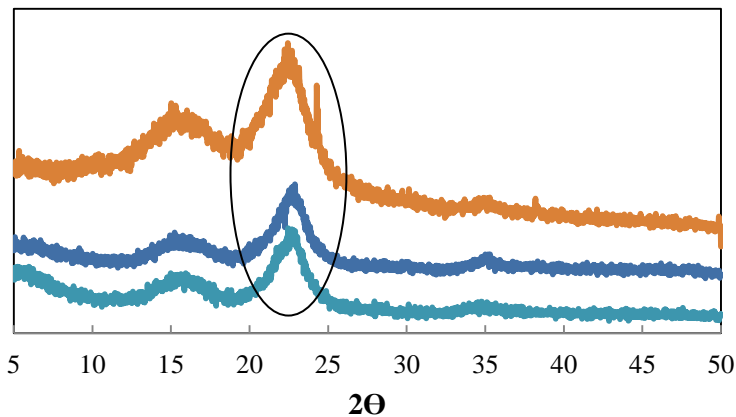
Hasil dari analisis morfologi serbuk gergajian kayu sengon dengan perbesaran 1000 kali untuk kedua kondisi yang berbeda menunjukkan bahwa struktur dari native (a) memiliki permukaan yang kasar dan struktur permukaan yang kaku. Hal ini mengindikasikan bahwa material serbu kayu masih terlapisi oleh lignin. Sedangkan untuk produk hasil delignifikasi/sonikasi, terlihat bahwa pada berbagai kondisi yang ada, serat terdegradasi menjadi fragmen pendek dan terjadi pengelupasan komponen tertentu. Serat-serat yang terlihat merupakan selulosa sedangkan bagian yang terkelupas merupakan bagian dari lignin dan

hemiselulosa. Hal ini membuktikan bahwa efek kavitas pada metode sonikasi dapat memotong dan merusak lapisan lignin serta sebagian hemiselulosa sehingga lignin dan hemiselulosa dapat terpisah dan terlarut dalam larutan NaOH sebagai black liquor (Subhedar, dkk, 2014). Pada Gambar (e) menunjukkan bahwa struktur selulosa terkoyak menjadi serpihan. Fenomena ini dapat disebabkan oleh efek kavitas akustik yang didefinisikan sebagai siklus pembentukan, pertumbuhan dan keruntuhan impulsif gelembung kavitas dalam sebuah cairan. Ketika gelembung kavitas mengalami siklus keruntuhan maka, *micro-bubble jet* akan terbentuk dan akan menyerang bagian terluar dari lignoselulosa (lignin). Semakin meningkatnya suhu dan lamanya waktu sonikasi nampak bahwa bagian yang terkelupas dari selulosa semakin banyak. (Suslick, dkk, 1989)

Hal ini dapat didukung dengan hasil analisis XRD untuk mengetahui perubahan kristalinitas dari serbuk kayu yang telah diproses delignifikasi/sonikasi. Hasil dari analisis XRD adalah sebagai berikut:

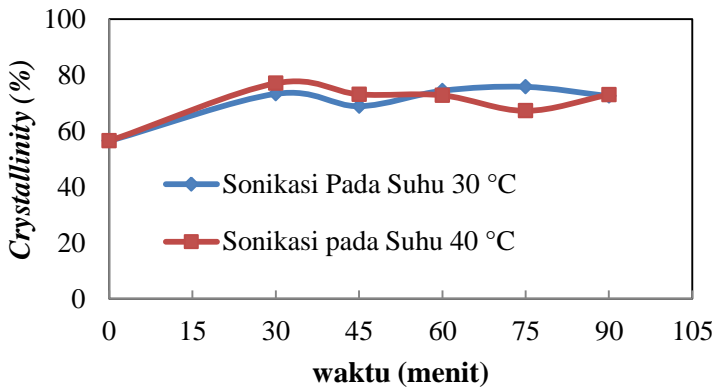


Gambar IV.1.6 Grafik XRD dari (a) Native, (b) Serbuk Kayu Setelah Sonikasi pada 30 menit, dan (c) 90 menit pada Suhu 30°C



Gambar IV.1.7 Grafik XRD dari (a) Raw Material, (b) Serbuk Kayu Setelah Sonikasi pada 30 menit, dan (c) 90 menit pada Suhu 40°C

Gambar IV.1.6 dan Gambar IV.1.7 menunjukkan pola dari *X-ray diffraction* sampel hasil dari delignifikasi/sonikasi. Pola XRD dari sampel hasil delignifikasi/sonikasi pada suhu 30°C dan 40°C menunjukkan bahwa sampel dapat dikatakan sebagai selulosa. Hal ini dibuktikan oleh adanya *peak* yang dimiliki oleh selulosa. *Peak* tersebut berada pada $2\theta = \pm 15^\circ$, $\pm 22,5^\circ$ dan $\pm 35^\circ$. Sampel hasil delignifikasi/sonikasi tergolong pada jenis selulosa I, dimana tidak terlihat *doublet peak* pada $2\theta = 22^\circ$ - 23° (Xiang, 2016). Pola XRD dari native (a) menunjukkan adanya *peak* yang curam pada $2\theta = 24$. Hal ini mengindikasikan bahwa pada native terdapat komponen lain selain selulosa (pengotor). Namun pada pola XRD sampel hasil delignifikasi/sonikasi (b), (c) *peak* tersebut menghilang. Hal ini menunjukkan bahwa komponen selain selulosa (pengotor) akan menghilang ketika sampel mengalami proses delignifikasi/sonikasi sehingga kemurnian selulosa dalam sampel semakin meningkat.



Gambar IV.1.8 Grafik Hubungan antara Lamanya Waktu Sonikasi dan Derajat Kristalinitas

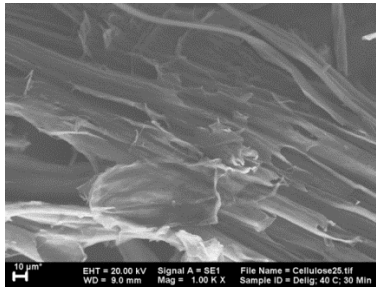
Gambar IV.1.8 menunjukkan pengaruh waktu operasi sonikasi pada kristalinitas sampel. Pada suhu delignifikasi/sonikasi 30°C, terlihat kristalinitas sampel cenderung mengalami peningkatan seiring bertambahnya waktu operasi. Peningkatan kristalinitas ini terjadi karena lapisan lignin yang bersifat amorf pada serbuk kayu terkelupas dan hilang, sehingga didapatkan kandungan selulosa yang lebih besar. Hal ini terjadi karena efek kavitasi mampu memotong struktur lignin dari serbuk kayu sengon (subhedar, dkk, 2014). Namun setelah sonikasi berjalan 75 menit, kristalinitas dari sampel mengalami penurunan. Untuk suhu sonikasi 40°C juga terjadi penurunan kristalinitas setelah sonikasi berjalan 30 menit. Maka dari itu waktu sonikasi yang dibutuhkan untuk mencapai kristalinitas paling tinggi (75.79%) adalah 75 menit untuk suhu sonikasi 30°C dan 30 menit (77.05%) untuk suhu sonikasi 40°C. Penurunan kristalinitas tersebut dapat diakibatkan oleh adanya radikal H^* yang terbentuk dari desosiasi air ketika sonikasi berlangsung. Radikal H^* menjadi sangat reaktif karena memiliki elektron tunggal yang tidak berpasangan. Hal ini mengakibatkan radikal H^* akan menyerang sebagian daerah kristal dan amorf pada selulosa, sehingga kristalinitas dari

selulosa menurun (Mason dan Peters, 2002). Penurunan kristalinitas juga dapat disebabkan oleh fenomena hot spot yang ditimbulkan saat runtuhnya kavitasi. Pecahnya gelembung menyebabkan terbentuknya *micro-bubble jet*. Pertama *micro-bubble jet* akan menyerang bagian terluar dari sampel yaitu lignin. Semakin lama waktu operasi, maka akan semakin banyak lignin yang terserang *micro-bubble jet*, menyebabkan lignin terkelupas dan terlarut. Ketika sebagian besar lapisan lignin sudah terkelupas, maka *micro-bubble jet* juga akan menyerang bagian selulosa, sehingga selulosa akan rusak dan kristalinitas menjadi turun. Semakin lama *lignocellulose* berinteraksi dengan NaOH maka selulosa akan mengembang dan menyebabkan turunnya derajat kristalinitas (O. Faix, 1992).

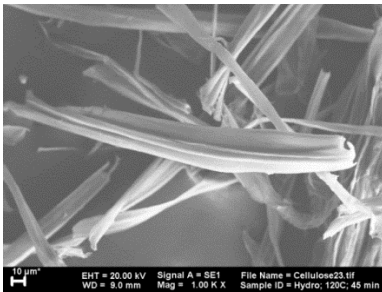
Dari Gambar IV.1.8 juga dapat dilihat bahwa suhu mempengaruhi waktu yang dibutuhkan untuk mencapai kristalinitas yang optimum. Suhu sonikasi 40°C memiliki waktu delignifikasi yang lebih pendek dibanding dengan suhu sonikasi 30°C. Hal ini dikarenakan semakin tinggi suhu sonikasi maka energi aktivasi untuk proses delignifikasi semakin rendah sehingga mempercepat proses delignifikasi. Untuk itu sampel yang akan dilakukan proses hidrolisis dengan hidrotermal adalah sampel hasil *pretreatment* sonikasi pada suhu 40°C selama 30 menit (Subhedar, 2013)

IV.2 Proses Hidrotermal dengan Pretreatment Sonikasi

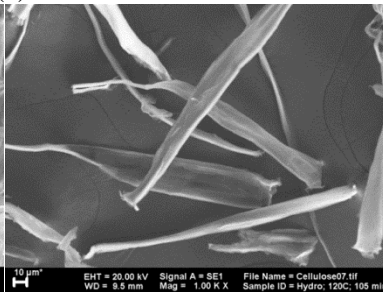
Produk hasil proses sonikasi selama 30 menit bersuhu 40°C dilanjutkan dengan proses hidrotermal untuk menghasilkan microcrystalline cellulose yang diinginkan. Kondisi operasi yang digunakan pada proses ini pada suhu 120°C dan 160°C, dengan gas penekan N₂ bertekanan 80 bar selama 45, 60, 75, 90 dan 105 menit. Setelah dilakukan proses sonikasi dan hidrotermal dilakukan analisa produk yang dihasilkan sebagai berikut:



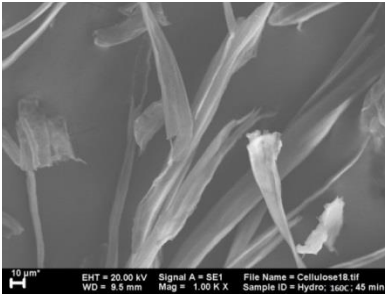
(a)



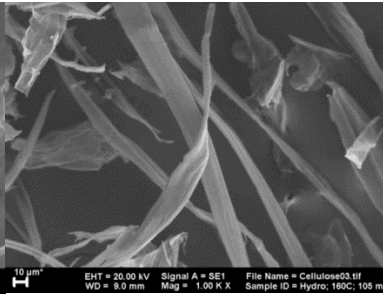
(b)



(c)



(d)



(e)

Gambar IV.2.1 Hasil analisa SEM (*Scanning Electro Microscopy*) (a) sampel hasil delignifikasi/sonikasi suhu 40°C selama 30 menit, sampel hasil hidrolisis/hidrotermal pada: (b) suhu 120°C selama 45 menit, (c) suhu 120°C selama 105 menit, (d) suhu 160°C selama 45 menit, dan (e) suhu 160°C selama 105 menit dengan Perbesaran 1000x

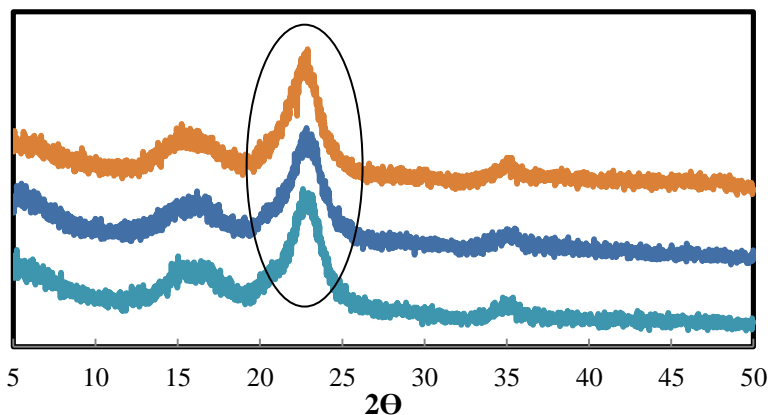
Dari Gambar IV.4.1 terlihat bahwa ukuran sampel hasil hidrotermal menjadi lebih kecil dibandingkan dengan ukuran sampel hasil delignifikasi dengan sonikasi (Gambar IV.3.2 (c)). Hal ini menunjukkan bahwa fiber panjang selulosa menjadi pendek ketika dihidrolisis menggunakan metode hidrotermal. Ketika hidrolisis berlangsung, ion hidronium yang dihasilkan oleh air pada kondisi sub-kritis akan menembus bagian amorp pada selulosa dan memotong ikatan β -1,4 antara *repeating units* dari selulosa, sehingga fiber selulosa akan patah menjadi selulose yang lebih pendek (*microcrystalline cellulose*) (Xiang, 2016).

Tabel IV.2.1 Panjang dan Diameter Sampel pada Gambar 4.4.1

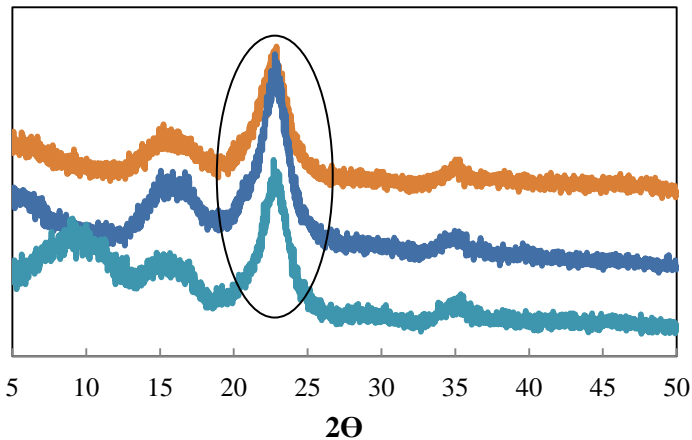
Gambar	Panjang (μm)	Diameter (μm)	Gambar	Panjang (μm)	Diameter (μm)
(a)	± 300	± 100	(d)	± 160	± 10
(b)	± 180	± 20	(e)	± 85	± 5
(c)	± 140	± 8			

Tabel IV.4.1 menunjukkan ukuran dari sampel (selulosa) setelah dilakukan hidrolisis menggunakan metode hidrotermal. Semakin lama waktu hidrotermal maka ukuran selulosa akan semakin mengecil. Selain waktu yang berpengaruh, suhu operasi juga berpengaruh pada ukuran selulosa yang dihasilkan. Ketika suhu hidrotermal dinaikan terlihat bahwa ukuran selulosa menjadi lebih kecil dibandingkan selulosa yang dihasilkan oleh hidrotermal dengan suhu yang lebih rendah. Hal ini bisa terjadi karena semakin tinggi suhu hidrotermal maka konstanta dielektrik dari air akan semakin rendah sehingga ion hidronium (H_3O^+) yang dihasilkan akan semakin banyak. Diketahui bahwa ion hidronium merupakan agen penting dalam proses hidrolisis. Sehingga semakin banyak ion hidronium (H_3O^+) yang dihasilkan maka semakin banyak pula bagian amorp yang terhidrolisis dan semakin banyak pula pemotongan ikatan β -1,4 antara *repeating units* dari selulosa (Adschiri, 2011). Bagian kritis pada selulosa akan tersisa karena sulit untuk mengalami hidrolisis. Hal

ini dikarenakan bagian kristalin dari selulosa memiliki tatanan molekul yang teratur sehingga memiliki ikatan intramolekular dan intermolecular. Akibat dari adanya ikatan tersebut, unit glukosa pada selulosa tidak akan mudah untuk terinterupsi oleh kehadiran ion hidronium (Trache, 2016). Dari tabel IV.2.1 dapat dilihat bahwa sampel yang memenuhi ukuran dari microcrystalline cellulose adalah sampel pada gambar IV.2.1 (e).

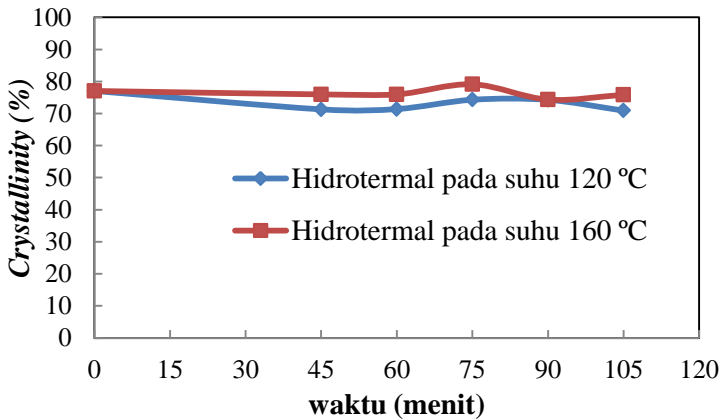


Gambar IV.4.2 Grafik XRD dari (a) sampel hasil delignifikasi/sonikasi 40°C selama 30 menit , (b) sampel hasil hidrolisis/hidrotermal pada 45 menit, (c) 105 menit pada Suhu 120°C



Gambar IV.4.3 Grafik XRD dari (a) sampel hasil delignifikasi/sonikasi 40°C selama 30 menit , (b) sampel hasil hidrolisis/hidrotermal pada 45 menit, (c) 105 menit pada Suhu 160°C

Selain ditinjau dari ukurannya, karakterisasi *microcrystalline cellulose* juga dilihat dari kristalinitasnya. Gambar IV.4.2 dan Gambar IV.4.3 menunjukkan pola dari *X-ray diffraction* sampel hasil dari hidrolisis menggunakan metode hidrotermal. Pola XRD dari sampel hasil hidrotermal pada suhu 120 °C dan 160 °C menunjukkan bahwa sampel dapat dikatakan sebagai selulosa. Hal ini ditunjukkan oleh adanya *peak* yang menjadi ciri khas dari selulosa. *Peak* tersebut berada pada $2\Theta = \pm 15^\circ$, $\pm 22,5^\circ$ dan $\pm 35^\circ$. Bila dilihat dari bentuk *peak* yang dimiliki, sampel tergolong pada jenis selulosa I. Hal ini dibuktikan tidak adanya *doublet peak* sekitar $2\Theta = 22^\circ$ dan 23° (Xiang, 2016). Tidak terjadinya perubahan jenis selulosa pada sampel dikarenakan, ketika selulosa dihidrolisis/hidrotermal pada kondisi sub-kritis, selulosa tidak akan mengalami *swelling*. Pada saat *swelling* terjadi, selulosa akan mengalami *recrystallized* pada bagian kristalin dari selulosa sehingga jenis selulosa II akan terbentuk. (Sasaki, dkk, 2014)



Gambar IV.4.4 Grafik Hubungan antara Lamanya Waktu Hidrotermal dan Derajat Kristalinitas

Pengaruh waktu hidrotermal terhadap kristalinitas sampel dapat dilihat pada Gambar IV.4.4. Kristalinitas masing-masing sampel dihitung mengikuti metode yang digunakan oleh Segal, 1959. Semakin lama waktu hidrotermal, kristalinitas dari sampel cenderung mengalami penurunan. Hal ini mungkin terjadi akibat ion hidronium yang dihasilkan juga menyerang daerah kristal dari selulosa. Semakin lama waktu hidrotermal, maka ion hidronium yang dihasilkan juga akan semakin banyak. Diketahui bahwa ion hidronium merupakan kunci utama pada proses hidrolisis. Sehingga ketika ion hidronium semakin banyak maka ikatan β -1,4 antara *repeating units* pada daerah kristalin dapat mengalami hidrolisis. Dalam air pada kondisi sub-kritis, selulosa mengalami hidrolisis pada bagian permukaan, dimana tidak hanya bagian amorp yang terhidrolisis namun bagian kristalin juga akan terhidrolisis. Ketika bagian kristalin ikut terhidrolisis maka bagian tersebut akan menjadi amorp, sehingga menurunkan derajat kristalinitas dari selulosa (sasaki, dkk, 2004).

Ketika hidrolisis/hidrotermal berlangsung selama 75 menit, derajat kristalinitas dari sampel mengalami peningkatan (74,3%

untuk suhu 120°C dan 79,1% untuk suhu 160 °C) (Gambar IV.4.4). Peningkatan ini mungkin disebabkan oleh reaksi hidrolisis bagian amorp yang sebelumnya merupakan bagian kristalin dari sampel yang mengalami hidrolisis pada permukaan sampel. Ketika semua bagian amorp pada bagian permukaan sampel mengalami hidrolisi, maka yang tersisa adalah bagian kristalin, sehingga derajat kristalinitas dari sampel meningkat. (sasaki, dkk, 2004).

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

1. *Microcrystalline cellulose* dapat dihasilkan melalui proses sonikasi dan proses hidrotermal.
2. Semakin lama waktu delignifikasi/sonikasi, maka presentase lignin yang hilang akan semakin banyak. Presentase selulosa paling tinggi dimiliki oleh sampel hasil delignifikasi/sonikasi pada suhu 40°C selama 30 menit yaitu 77,96% dengan presentase lignin sebesar 0,93% dan kristalinitas paling tinggi dimiliki oleh sampel hasil delignifikasi/sonikasi pada suhu 40°C selama 30 menit yaitu 77,05%. Semakin tinggi suhu delignifikasi/sonikasi maka proses delignifikasi akan semakin cepat.
3. Semakin tinggi suhu hidrotermal dan semakin lama waktu hidrotermal, maka ukuran sampel akan semakin kecil, dengan ukuran sampel paling kecil adalah $\pm 85 \mu\text{m}$ untuk panjangnya dan $\pm 5 \mu\text{m}$ untuk diameternya. Kristalinitas paling tinggi dimiliki oleh sampel hasil hidrolisis/hidrotermal pada suhu 160°C selama 75 menit yaitu 79.1%.

V.2 Saran

1. Perlu dilakukan analisa DSC untuk mengetahui *thermal properties* produk hasil delignifikasi/sonikasi dan hidrolisis/hidrotermal.
2. Perlu dilakukan analisa FT-IR pada variabel hidrotermal pada suhu 160 °C dengan waktu operasi 105 menit.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Arai Kunio et al., 1997. "*Cellulose Hydrolysis in Subcritical and Supercritical Water*".Japan: Department of Chemical Engineering, Tohoku University.
- Casey JP. 1980. *Pulp and Paper Chemistry and Chemical Technology*. 3 edition Vol. I A. New York: Willey Interscience Publisher.
- Fengel, D. dan G. Wegener. 1995. *Kayu, kimia, ultrastruktur, reaksi-reaksi*. Yogyakarta: Gajah Mada University Press.
- Kooskurniasari, Widya. 2014. *Pemanfaatan Serbuk Gergaji Kayu Sengon sebagai Sorben Minyak Mentah dengan Aktivasi Kombinasi Fisik*. Jakarta: Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.
- Mason, T.J. dan Peters, D. 2002. *Practical Sonochemistry: Uses and Applications of Ultrasound*, 2nd Edition. Inggris: Woodhead Publishing.
- Novo Lisias Pereira, Bras Julien, Garcia Araceli et al. 2016. "*A Study of the Production of Cellulose Nanocrystals Through Subcritical Water Hydrolysis*".Prancis: Universitas Grenoble.
- Subhedar Preeti B., Ray Pearl, Gogate Parag R. 2013. "*Alkaline and ultrasound assisted alkaline pretreatment for*

- intensification of delignification process from sustainable raw-material*". India: Chemical Engineering Department, Institute of Chemical Technology.
- Subhedar Preeti B., Ray Pearl, Gogate Parag R. 2017. *"Intensification of Delignification and Subsequent Hydrolysis for the Fermentable Sugar Production from Lignocellulosic Biomass using Ultrasonic Irradiation"*. India: Chemical Engineering Department, Institute of Chemical Technology.
- Suslick, K.S. 1994. "The Chemistry of Ultrasound." Chicago: Encyclopedia Britannica.
- Trache Djalal, Hussin M. Hazwan, et al. 2016. *"Microcrystalline Cellulose: Isolation, Characterization and bio-composites Application-a Review"*. Malaysia: University Sains Malaysia .
- Zhang Shuai, Li Fa-Xue, Yu Jian-yong. 2016. *"Dissolution Behaviour and Solubility of Cellulose in NaOH Complex Solution"*. Shanghai: China.
- Zhang Mei-Fang, Qin Yuan-Hang Y. 2016. *"Depolymerization of Microcrystalline Cellulose by the Combination Ultrasond and Fenton Reagen"*. China: Wuhan Institute of Technology.

DAFTAR NOTASI

T	=	Temperature (°C)
α	=	Alpha
β	=	Betha
γ	=	Gamma
(w/v)	=	Berat/volume
μm	=	Mikron meter
Mpa	=	MegaPascal
N	=	Normalitas
M	=	Molaritas
Rpm	=	<i>Rotation per minute</i>

Halaman ini sengaja dikosongkan

APPENDIKS

1. Perhitungan Hasil Analisa *X-Ray Diffractometer* (XRD)

Derajat kristalinitas diketahui dengan cara menghitung perbandingan luas difraksi kristalin terhadap luas total difraksi. Dengan persamaan yang dituliskan oleh Segal, Creely, Martin, & Conrad, 1959 berikut:

$$CI = \frac{I_{200} - I_{am}}{I_{200}} \times 100$$

Dimana I_{200} adalah tinggi *peak* pada 22° - 23° dan I_{am} adalah nilai dari *baseline* pada 18° - 19° .

Tabel 1.1 Hasil perhitungan XRD untuk Serbuk Kayu
Sengon Setelah Proses Sonikasi Suhu 30°C

Keterangan	I_{200}	I_{am}	% Kristalinitas
Native	941	410	56,43
30° , 30min	580	155	73,27
30° , 45min	681	212	68,87
30° , 60min	414	106	74,40
30° , 75min	570	138	75,79
30° , 90min	512	141	72,46

Tabel 1.2 Hasil perhitungan XRD untuk Serbuk Kayu
Sengon Setelah Proses Sonikasi Suhu 40°C

Keterangan	I200	Iam	% Kristalinitas
Native	941	410	56,43
40°, 30min	488	112	77,05
40°, 45min	383	103	73,11
40°, 60min	514	140	72,76
40°, 75min	314	103	67,20
40°, 90min	485	131	72,99

Tabel 1.3 Hasil perhitungan XRD untuk Serbuk Kayu
Sengon Setelah Proses Sonikasi dan Hidrotermal Suhu
120°C

Keterangan	I200	Iam	% Kristalinitas
30°, 45min	453	130	71,30
30°, 60min	493	141	71,40
30°, 75min	537	138	74,30
30°, 90min	513	132	74,27
30°, 105min	471	137	70,91

Tabel 1.4 Hasil perhitungan XRD untuk Serbuk Kayu
Sengon Setelah Proses Sonikasi dan Hidrotermal Suhu
160°C

Keterangan	I200	Iam	% Kristalinitas
40°, 45min	666	160	75,98
40°, 60min	645	155	75,97
40°, 75min	527	110	79,13
40°, 90min	686	176	74,34
40°, 105min	563	136	75,84

2. Analisa Kadar Selulosa, Hemiselulosa, Lignin (metode Chesson-Datta 1981)
 - a. 1 gram sampel kering (berat a) ditambahkan 150 mL H₂O dan direflux pada suhu 100°C selama 1 jam.
 - b. Menyaring sampel yang telah direflux dan mencuci hasil saringan tersebut dengan 300 mL air panas.
 - c. Mengeringkan residu dalam oven pada suhu 60°C sampai beratnya konstan dan kemudian menimbang sampel (berat b).
 - d. Menambahkan 150 mL H₂SO₄ 0,5 M ke dalam sampel kering kemudian melakukan reflux selama 2 jam pada suhu 100°C.

- e. Menyaring sampel dan mencuci hasil saringan tersebut dengan aquadest hingga pH netral kemudian mengeringkan residu dalam oven pada suhu 60°C (berat c).
- f. Menambahkan 10 mL H₂SO₄ 72% ke dalam residu kering dan mendiamkannya pada suhu kamar selama 4 jam.
- g. Menambahkan 150 mL H₂SO₄ 0,5 M dan melakukan reflux pada suhu 100°C selama 2 jam.
- h. Menyaring residu kemudian mencuci residu tersebut dengan aquadest hingga pH netral.
- i. Mengeringkan sampel dalam oven pada suhu 105°C hingga beratnya konstan dan ditimbang (berat d).
- j. Melakukan proses pengabuan di dalam furnace pada suhu 600°C selama 4 jam kemudian menimbang berat padatan yang tersisa sebagai berat e.
- k. Menghitung berat selulosa, hemiselulosa, dan lignin sebagai berikut:

$$\text{Hemiselulosa (\%)} = (b-c)/(a) \times 100\%$$

$$\text{Selulosa (\%)} = (c-d)/(a) \times 100\%$$

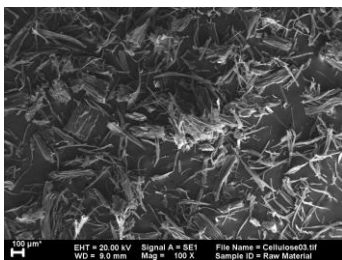
$$\text{Lignin (\%)} = (d-e)/(a) \times 100\%$$

Tabel 2.1 Hasil perhitungan analisa Chesson

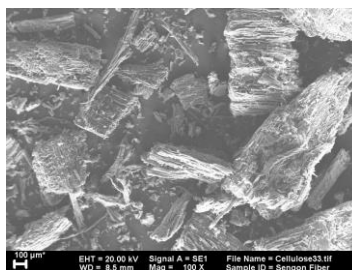
Keterangan	a (g r)	b (gr)	c (gr)	d (gr)	% Hemisel ulosa	% Selulos a	% Lig nin
Native	1	0,82 55	0,82 85	0,20 06	22.26	41.17	17.5 1
Soni 30°C; 30 menit	1	0,90 34	0,86 08	0,02 31	10.38	75.30	2.58
Soni 30°C; 90 menit	1	0,87 75	0,78 11	0,01 6	9.64	76.51	1.60
Soni 40°C; 30 menit	1	0,86 41	0,78 27	0,00 93	8.14	77.96	0.93
Soni 40°C; 90 menit	1	0,83 12	0,75 41	0,00 41	7.71	75.27	0.41

3. Gambar Hasil Analisa SEM (*Scanning Electron Microscopy*) setelah Proses Delignifikasi

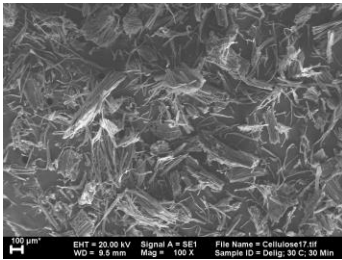
Bertujuan untuk mengetahui perubahan morfologi dari serbuk
gergajian kayu sengon setelah proses delignifikasi/sonikasi.



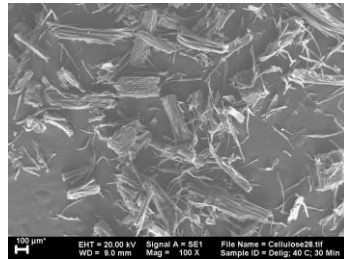
(a)



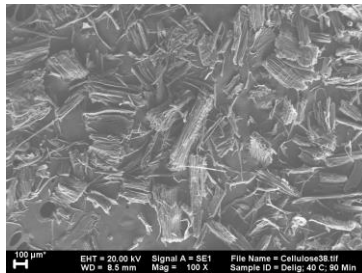
(b)



(c)



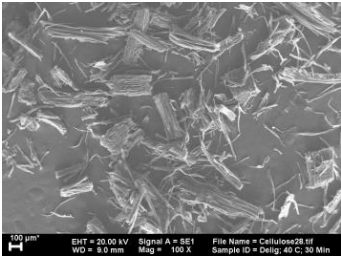
(d)



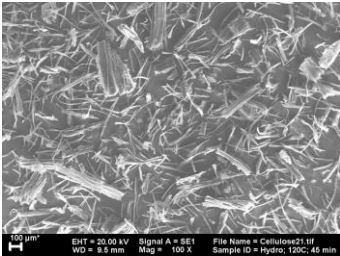
(e)

Gambar 3.1. Morfologi dari (a) *Native*, (b) *Sengon Fiber*, Produk delignifikasi/sonikasi pada: (c) suhu 30°C selama 30 menit, (d) suhu 40°C selama 30 menit, (e) suhu 40°C selama 90 menit dengan Perbesaran 100 x.

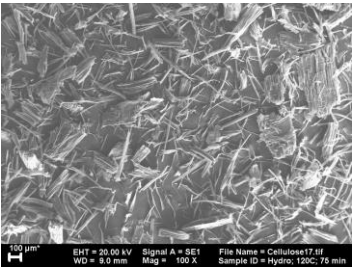
4. Gambar Hasil Analisa SEM (*Scanning Electron Microscopy*)
setelah Proses Delignifikasi dan Hidrotermal.



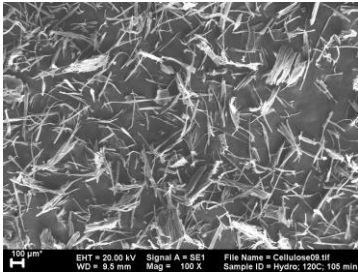
(a)



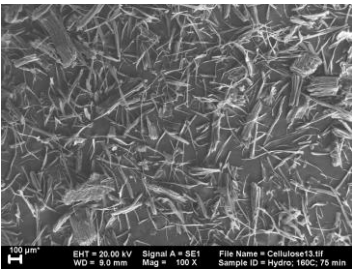
(b)



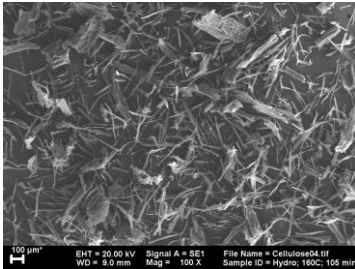
(c)



(d)



(e)



(f)

Gambar 3.2 Hasil analisa SEM (*Scanning Electro Microscopy*)

(a) sampel hasil delignifikasi/sonikasi suhu 40 °C selama 30

menit, sampel hasil hidrolisis/hidrotermal pada: **(b)** suhu 120 °C selama 45 menit, **(c)** suhu 120 °C selama 75 menit, **(d)** suhu 120 °C selama 105 menit, **(e)** suhu 160 °C selama 75 menit, dan (f) suhu 160 °C selama 105 menit dengan Perbesaran 100x

BIODATA PENULIS

PENULIS 1



Elysa Nura' Ini, lahir pada 30 Agustus 1995 di Sukoharjo – Jawa Tengah. Menempuh pendidikan formal di SD Negeri Pojok 2 – Tawang Sari, SMP Negeri 2 Tawang Sari - Tawang Sari, dan SMA Negeri 1 Sukoharjo – Sukoharjo. Selanjutnya penulis melanjutkan studi di Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, ITS pada tahun 2013 dan terdaftar dengan NRP.2313 100 029.

Semasa di kampus perjuangan ITS, Penulis melakukan penelitian di Laboratorium Teknologi Material. Melalui bimbingan bapak Dr. Ir. Sumarno, M.Eng dan Ibu Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Produksi Microcrystalline Cellulose (MCC) dari Limbah Serbuk Gergaji Kayu Sengon Melalui Proses Sonikasi dan Hidrotermal”**.

Contact Person

Email : elysanuraini95@gmail.com

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS

PENULIS 2



Sena Setiawan Hastanu Putra lahir pada 04 Juni 1995 di Klaten-Jawa Tengah. Menempuh pendidikan formal di SDN 3 Keden-Pedan, SMPN 1 Pedan-Klaten dan SMAN 1 Cawas-Klaten. Selanjutnya penulis mengikuti Seleksi Nasional Masuk Perguruan Tinggi Negeri Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, ITS dan diterima di Teknik Kimia FTI-ITS pada tahun 2013 dan terdaftar dengan NRP.2313100078.

Semasa belajar di ITS penulis melakukan penelitian di Laboratorium Teknologi Material melalui bimbingan Bapak Dr. Ir. Sumarno, M.Eng dan Ibu Prida Novarita Trisanti, S.T., M.T. Penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul **“Produksi *Microcrystalline Cellulose* (MCC) dari Limbah Serbuk Gergaji Kayu Sengon Melalui Proses Sonikasi dan Hidrotermal”**.

Contact Person

Email : *senaputrak53@gmail.com*

“Halaman ini sengaja dikosongkan”